

JC10 Rec'd P PT PTO 0 1 AUG 2005

02910.102072

# PATENT APPLICATION

# IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re Application of:	- · · · · ·
KOH ISHIGAMI ET AL. )	Examiner: Unassigned
: Application No.: 10/540,562 )	Group Art Unit: Unassigned
; Filed: June 24, 2005	
For: FIXING METHOD AND FIXING DEVICE)	August 1, 2005
Commissioner for Patents P.O. Box 1450	
Alexandria VA 22212 1450	

# SUBMISSION OF PRIORITY DOCUMENT

Sir:

Applicants hereby claim priority under the International Convention and all rights to which they are entitled under 35 U.S.C. § 119 based upon the following Japanese Priority Application:

APPLICATION NO.

**COUNTRY** 

**DATE OF APPLICATION** 

2004-130276

Japan

April 26, 2004

A certified copy of each of the priority document and of an English-language translation of the cover page is enclosed.

Applicants' undersigned attorney may be reached in our Washington, D.C. office by telephone at (202) 530-1010 All correspondence should continue to be directed to our address given below.

Respectfully submitted,

Lawrence A. Stahl Attorney for Applicants Registration No. 30,110

FITZPATRICK, CELLA, HARPER & SCINTO 30 Rockefeller Plaza
New York, New York 10112-3800
Facsimile: (212) 218-2200

LAS:eyw

DC\_MAIN 211033v1





# JAPAN PATENT OFFICE

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

Date of Application:

April 26, 2004

Application Number:

JP 2004-130276

The country code and number of your priority application, to be used for filing abroad under the Paris Convention, is

JP 2004-130276

Applicant(s):

CANON KABUSHIKI KAISHA

Dated this 20th day of June 2005

Commissioner, Japan Patent Office

Hiroshi Ogawa (Seal)

Certificate Issuance No. 2005-3052913

Appli- No.: 16/540,562 Filed: June 24,2005 Applicant: Koh Ishigam; et al.

# 10/540562

# 日本国特許庁 JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日 Date of Application:

2004年 4月26日

出 願 番 号 Application Number:

特願2004-130276

パリ条約による外国への出願 に用いる優先権の主張の基礎 となる出願の国コードと出願 番号

晉方
The country code and number of your priority application, to be used for filing abroad under the Paris Convention, is

人

JP2004-130276

出 願.
Applicant(s):

キヤノン株式会社



# BEST AVAILABLE COPY

特許庁長官 Commissioner, Japan Patent Office 2005年 6月20日

1) 1



特許願 【書類名】 【整理番号】 0002072-01 平成16年 4月26日 【提出日】 【あて先】 特許庁長官殿 G03G 15/20 【国際特許分類】 【発明者】 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内 【住所又は居所】 石上 恒 【氏名】 【発明者】 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内 【住所又は居所】 【氏名】 藤川 博之 【発明者】 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内 【住所又は居所】 菅原 庸好 【氏名】 【発明者】 【住所又は居所】 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内 【氏名】 岡本 直樹 【発明者】 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内 【住所又は居所】 【氏名】 馬場 善信 【発明者】 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内 【住所又は居所】 【氏名】 板倉 降行 【特許出願人】 【識別番号】 000001007 キヤノン株式会社 【氏名又は名称】 【代理人】 【識別番号】 100096828 【弁理士】 【氏名又は名称】 渡辺 敬介 03-3501-2138 【電話番号】 担当 【連絡先】 【選任した代理人】 【識別番号】 100110870 【弁理士】 【氏名又は名称】 山口 芳広 03-3501-2138 【電話番号】 【手数料の表示】 【予納台帳番号】 004938 【納付金額】 16,000円 【提出物件の目録】 【物件名】 特許請求の範囲 1 【物件名】 明細書 1 【物件名】 図面 1 【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】

0101029

# 【書類名】特許請しの範囲

# 【請求項1】

記録媒体上に形成された未定着トナー像を、定着手段により加熱加圧定着する定着方法 において、前記記録媒体の搬送方向に直列に配列した少なくとも2台以上の定着器を通過 することによって未定着トナー像の定着が行われるものであり、

前記記録媒体が第一の定着器を通過する前後の記録媒体上温度の最大値をT1、第二の定着器を通過する前後の記録媒体上温度の最大値をT2、前記記録媒体の第一の定着器突出から第二の定着器突入までの間の記録媒体上温度の最小値をtとし、前記トナーのフローテスタ軟化温度をTs、流出開始温度をTfbとすると、前記T1、T2、tの関係が式(1)かつ式(2)を満足することを特徴とする定着方法。

T 1 > T f b 式(1) T 2 > t > T s 式(2)

# 【請求項2】

前記トナーのフローテスタ1/2法溶融温度をT1/2とするとき、前記T2との関係が、式(3)を満足することを特徴とする請求項1に記載の定着方法。

T2>T1/2 式(3)

# 【請求項3】

前記トナーが離型剤を含有し、示差走査熱量計測定における吸熱曲線において、最大吸熱ピークの最大値が60乃至140℃の範囲であることを特徴とする請求項1又は2に記載の定着方法。

# 【請求項4】

記録媒体上に形成された未定着トナー像を、定着手段により加熱加圧定着する定着装置において、前記記録媒体の搬送方向に直列に配列した少なくとも2台以上の定着器を通過することによって未定着トナー像の定着が行われるものであり、

前記記録媒体が第一の定着器を通過する前後の記録媒体上温度の最大値をT1、第二の定着器を通過する前後の記録媒体上温度の最大値をT2、前記記録媒体の第一の定着器突出から第二の定着器突入までの間の記録媒体上温度の最小値をtとし、前記トナーのフローテスタ軟化温度をTs、流出開始温度をTfbとすると、前記T1、T2、tの関係が式(1)かつ式(2)を満足することを特徴とする定着装置。

T1>Tfb 式(1) T2>t>Ts 式(2)

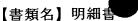
#### 【請求項5】

前記トナーのフローテスタ1/2法溶融温度をT1/2とするとき、前記T2との関係が、式(3)を満足することを特徴とする請求項4に記載の定着装置。

T2>T1/2 式(3)

#### 【請求項6】

前記トナーが離型剤を含有し、示差走査熱量計測定における吸熱曲線において、最大吸熱ピークの最大値が60乃至140℃の範囲にあることを特徴とする請求項4又は5に記載の定着装置。



【発明の名称】定着方法及び定着装置

# 【技術分野】

# [0001]

本発明は、電子写真方式における現像剤で形成されたトナー像を記録媒体上に定着させる定着方法及び定着装置に関する。

# 【背景技術】

# [0002]

一般に、銀塩写真は、画像光沢度が高く、また、画像光沢均一性や色再現性に優れ画質が優れていることはよく知られている。また、印刷においては、単位時間あたりの印刷枚数が多く、高い生産性が特徴である。

# [0003]

一方、電子写真においては、近年のデジタル化によって画質も着実に向上してきている。しかし、高い画像光沢度と高い生産性を両立するには至っておらず、高い画像光沢度と高い生産性とを両立した電子写真法によるフルカラー画像形成方法が待望されている。また、高い画像光沢度と高い生産性とを両立しながら、記録媒体搬送速度の比較的速い条件下に、銀塩写真に迫る画像光沢均一性と、画像光沢度と記録媒体光沢度の揃った違和感のない画像を、安定して連続的に得ることができる画像形成方法が求められるようになってきている。

# [0004]

電子写真法によって高い画像光沢度と高い生産性とを両立したフルカラー画像形成方法として、現像器を複数台直列に配設し、単色画像とフルカラー画像を同速度で出力可能な高速機が上市されている。しかし、画像光沢度の高い画像が求められる時には、記録媒体搬送速度を低下させるなどして、画像光沢度をあげることが行われ、生産性が犠牲となることがある。

# [0005]

一般に記録媒体搬送速度の比較的速い複写機の定着工程に着目すると、記録媒体の定着 器通過時間が相対的に短くなるため、記録媒体に加えられる熱量は減少する。記録媒体に 加えられる熱量の減少は、画像光沢度低下に直結する。従って、生産性を損なわず光沢度 の高い画像を得るためには、より多くの熱量を加えられるようにする必要がある。

#### [0006]

記録媒体搬送速度の比較的速い条件下に、画像光沢度の高い画像を得る方法として、定着ニップを広くして、記録媒体により多くの熱を加えることが行われる。例えば、図1に示したローラーニップ方式と称されるようなローラー定着器では、定着部材同士を強く当接させ、定着ニップを広くすることが行われる。

#### [0007]

また、図2に示す定着ローラーと搬送定着ベルトを組み合わせたベルトニップ方式の定着装置((図2)では、搬送定着ベルトを組み合わせることによって、定着ローラーとのニップをより広くとり、高速化に対応しようとする技術がある。

#### [0008]

記録媒体搬送速度の比較的速い条件下に、画像光沢度の高い画像を得る方法として、より多くの熱量を加えるという同様の考え方から、図3に示す複数個の定着器を配設させたものがある。

#### [0009]

例として、例えば特許文献 1 が挙げられる。特許文献 1 は、記録媒体搬送方向に直列に配置した複数の定着器で、使用個数を切換えながら定着を行ない、記録媒体に加える熱量を変え、印刷画像の光沢を任意に調整するというものがある。印刷速度は低下させずに画像光沢を調整するものであるが、肝心のトナー物性については触れられていない。そのため、搭載するトナー種によっては、所望の光沢が得られないことや巻きつき等の問題を生じることが予想される。最適なトナーについての記載はなく、トナー物性と光沢度との関

係に関する考察は一切行われていない。

# [0010]

複数個の定着手段を有する定着装置を備え、複数の定着器の定着条件とトナー物性に言及した公知例として、例えば、特許文献2が挙げられる。特許文献2では、カラートナーを透明な記録媒体上に熱圧定着する方法、特に、第1の定着で仮定着を行い、その後第2の定着で本定着を行う熱圧定着方法において、トナー軟化点と定着温度に関する提案がある。しかし、オーバーヘッドプロジェクター用シートのような透明な記録媒体に限定されていることや、また、第1定着と第2定着の記録媒体搬送速度が比較的低速の記録媒体搬送速度の比較的速い条件下では、十分な透明性が得られないなどの問題が残る。また、定着器の設定温度には言及しているが、記録媒体上の温度を直接的に測定したものではないような記録媒体に定着した場合には、記録媒体の繊維による凹部に溶融したトナーが流れ込み、画像表でに定着した場合には、記録媒体の繊維による凹部に溶融したトナーが流れ込み、画像表面が凸凹となり、画像光沢度が低くなることがあった。また、定着強度が不足したり、混色性が不十分となり色再現性に劣るなどの課題があった。

# [0011]

以上のように、高い光沢度と高い生産性の両立を目指した検討は行われてきたが、トナー物性との関係に着目したものはほとんどなく、また、記録媒体搬送速度が比較的速い条件下に、光沢度均一性が高く、記録媒体光沢度と画像光沢度の差が少ない、違和感のない画像を得る方法についての研究はなされていない。

# $[0\ 0\ 1\ 2]$

【特許文献1】特開2000-221821

【特許文献2】特開平4-287078

# 【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

# [0013]

本発明の目的は、上述の如き問題点を解決した定着方法及び定着装置を提供するものである。記録媒体搬送速度の比較的速い条件下に、光沢度が高く、記録媒体上へのトナー載り量に依存せず光沢度が均一で、画像と記録媒体の光沢度の違和感が抑制された画像を、安定的に、また連続的に得ることのできる定着方法及び定着装置を提供することにある。

# 【課題を解決するための手段】

# $[0\ 0\ 1\ 4\ ]$

本発明者らは、鋭意検討を重ねた結果、前記記録媒体上に形成されたトナー像を、少なくとも二回以上定着器を通過させた際の記録媒体上温度と、トナーのフローテスタ物性との関係を本発明規定の範囲に調整することによって、上記要求を満足出来ることを見いだし本発明に至った。

# [0015]

即ち、記録媒体上に形成された未定着トナー像を、定着手段により加熱加圧定着する定着方法において、前記記録媒体の搬送方向に直列に配列した少なくとも2台以上の定着器を通過することによって未定着トナー像の定着が行われるものであり、

前記記録媒体が第一の定着器を通過する前後の記録媒体上温度の最大値をT1、第二の定着器を通過する前後の記録媒体上温度の最大値をT2、前記記録媒体の第一の定着器突出から第二の定着器突入までの間の記録媒体上温度の最小値をtとし、前記トナーのフローテスタ軟化温度をTs、流出開始温度をTfbとすると、前記T1、T2、tの関係が式(1)かつ式(2)を満足することを特徴とする定着方法に関する。

T 1 > T f b 式(1) T 2 > t > T s 式(2)

#### [0016]

また、前記トナーのフローテスタ1/2法溶融温度をT1/2とするとき、前記T2との関係が、式(3)を満足することを特徴とする定着方法に関する。

出証特2005-3052913

T2 > T1 > 2 式(3)

# [0017]

前記トナーが離型剤を含有し、示差走査熱量計測定における吸熱曲線において、最大吸 熱ピークの最大値が60乃至140℃の範囲にあることを特徴とする定着方法に関する。

# [0018]

また、記録媒体上に形成された未定着トナー像を、定着手段により加熱加圧定着する定着装置において、前記記録媒体の搬送方向に直列に配列した少なくとも2台以上の定着器を通過することによって未定着トナー像の定着が行われるものであり、

前記記録媒体が第一の定着器を通過する前後の記録媒体上温度の最大値をT1、第二の定着器を通過する前後の記録媒体上温度の最大値をT2、前記記録媒体の第一の定着器突出から第二の定着器突入までの間の記録媒体上温度の最小値をtとし、前記トナーのフローテスタ軟化温度をTs、流出開始温度をTfbとすると、前記T1、T2、tの関係が式(1)かつ式(2)を満足することを特徴とする定着装置に関する。

T1>Tfb 式(1)

T2>t>Ts 式(2)

# [0019]

また、前記トナーのフローテスタ1/2 法溶融温度をT1/2とするとき、前記T2との関係が、式(3)を満足することを特徴とする定着装置に関する。

T2>T1/2 式(3)

# [0020]

また、前記トナーが離型剤を含有し、示差走査熱量計測定における吸熱曲線において、最大吸熱ピークの最大値が60乃至140℃の範囲にあることを特徴とする定着装置に関する。

# [0021]

さらに、本発明の定着方法においては、以下の方法であることが好ましい。

- (1) 第一の定着器を通過する前後の記録媒体上温度の最大値T1が、160℃以下、第二の定着器を通過する前後の記録媒体上温度の最大値T2が、190℃以下であることを特徴とする定着方法及び定着装置である。
- (2) 第二の定着器通過前後の記録媒体上温度の最大値T2と第一の定着器突出から第二の定着器突入までの間の記録媒体上温度の最小値tとの差ΔTが、10乃至60deg. であることを特徴とする定着方法及び定着装置である。
- (3) 第1の定着機が、加熱されたベルトと加圧部材とが形成するニップ部において加圧 ・加熱されることで、転写材上に形成された未定着トナー画像を定着するベルト定着方式 の定着装置であることを特徴とする定着装置である。

# 【発明の効果】

#### [0022]

本発明の定着方法及び定着装置を用いることで、記録媒体搬送速度の比較的速い条件下に、光沢度が高く、記録媒体上へのトナー載り量に依存せず光沢度が均一で、画像と記録 媒体の光沢度の違和感が抑制された画像を、安定的に、また連続的に得ることができる。

【発明を実施するための最良の形態】

# [0023]

以下に、本発明を詳細に説明する。

# [0024]

記録媒体上に形成されたトナー像を、記録媒体の搬送方向に直列に配列した、少なくとも2台以上の定着器を通過させ、定着器を通過させた際の記録媒体上温度とトナーのフローテスタ物性を本発明規定の範囲に調整することによって、記録媒体搬送速度の比較的速い条件下に、光沢度が高く、記録媒体上へのトナー載り量に依存せず光沢度が均一で、画像と記録媒体の光沢度の違和感が抑制された画像を、安定的に、また連続的に得ることができる。

# [0025]

本発明を適用した定着装置を説明するための概略図を図3に示した。

# [0026]

図3に図示した定着装置は、同一機能を有する3つの定着器をシート搬送方向に直列に配置したものである。ここで各定着器は、図示した矢印方向の記録媒体搬送方向上流側から第1の定着器、第2の定着器、第3の定着器である。3台の定着器を配設した定着装置を例示したが、本発明では、2つ以上の定着器を具備した定着装置を用いればよく、図3の定着装置で示した定着器の個数や種類に限定されるものではない。

# [0027]

未定着トナー像を担持する記録媒体は、第一の定着器のニップ部に突入し、加熱加圧されながら、挟持搬送されて一次定着処理を受ける。続いて、第二の定着器のニップ部により加熱加圧されながら、挟持搬送されて2次定着処理受け、さらに、3次定着処理を受ける。

# [0028]

本発明規定の定着器としては、加熱加圧定着方式の定着装置であれば何ら限定されるものではない。

# [0029]

図1にローラーニップ方式定着器の一例を示す。加圧ローラー1は、アルミ製の芯金2上にフッ素樹脂などの耐熱性を有する離型性の良い樹脂表面層3で被覆されている。定着ローラー4は、内部にヒータ5を有する芯金5の上に、耐熱性を有した軟質のシリコーンゴム(又はシリコーンスポンジ)からなる下層に形成し、更にこの上にPFAチューブ(又はFEPチューブ)を被覆した被覆層7から構成され、トナー離型性を向上させている。前記定着ローラー4の近くには、シリコーンオイルを定着ローラー4へ塗布するためのオイル供給ローラー8が配置されていてもよい。また、前記定着ローラー4の近くには、定着ローラー4上に残留したトナーや紙粉を除去するためのクリーニング装置9が配置されている。

# [0030]

この他、図2には、定着ローラー4と搬送定着ベルト10を組み合わせ、前記ベルト10を介して定着ローラー4に接する圧力ロール12と、支持ロール13と、駆動ロール14とに巻装され、ワイドニップ化されたベルトニップ方式と称される定着器をもちいてもよい。

# [0031]

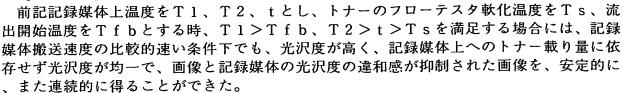
本発明は、記録媒体上に形成された未定着トナー像を、定着手段により加熱加圧定着する定着方法において、前記記録媒体上に形成されたトナー像を定着するために、前記記録媒体の搬送方向に直列に配列した少なくとも2台以上の定着器を通過することによって未定着トナー像の定着が行われるものであり、前記記録媒体が第一の定着器を通過する前後の記録媒体上温度の最大値をT1、第二の定着器を通過する前後の記録媒体上温度の最大値をT2、前記記録媒体の第一の定着器突出から第二の定着器突入までの間の記録媒体上温度の最小値をt、前記トナーのフローテスタ軟化温度をTs、流出開始温度をTfbとすると、前記T1、T2、tの関係が式(1)かつ式(2)を満足することを特徴とする定着方法である。

T1>Tfb 式(1) T2>t>Ts 式(2)

# [0032]

前記記録媒体上温度とは、記録媒体(坪量157(g/m²)コート紙)表面に高速応答性熱電対(安立計器株式会社SE80117)先端部線径50μmを、記録媒体が最初に定着器に突入する端部より50mm下流の位置に貼付し、2以上の定着器を連続的に通過させ、記録した温度である。図4に、本発明で定義している定着器通過前後の記録媒体上温度の最大値と定着器突出から突入までの間の記録媒体上温度の最小値、また、図3に示した定着装置に前記記録媒体を通過させた時の記録媒体上の温度推移を模式的に示した

# [0033]



# [0034]

第一の定着器を通過する前後の記録媒体上温度の最大値T1が、トナー流出開始温度Tfb以下の場合は、定着画像のこすり試験で画像濃度低下が起こることがある。これは、第1定着通過時のトナーの粘性流動性が不足し、記録媒体との結着が弱くなったためと推察される。第1の定着器通過時にトナーがTfbを超えて加熱された場合には、トナーと記録媒体が確実に結着し、安定した画像が得られる。

# [0035]

第二の定着器を通過する前後の記録媒体上温度の最大値T2が、第一の定着器突出から 第二の定着器突入までの間の記録媒体上温度の最小値を t 以下の場合には、光沢の均一性 が低いムラの大きな画像となることがある。これは、第二定着通過によって、第一の定着 器通過後、一旦低下した記録材温度がTs以上の温度に再度加熱されることで、画像表面 のトナー面の平滑性が整えられ、比較的高速の記録媒体搬送速度においても高い光沢度が 得られたと考える。

# [0036]

第一の定着器突出から第二の定着器突入までの間の記録媒体上温度の最小値を t が、軟化温度Ts以下の場合には、第2定着への円滑に突入せず、紙詰まり等の記録媒体の搬送不良が発生することがある。これは、第1定着器通過後の温度低下が大きいこと意味し、軟化温度を下回るとトナーの熱収縮が大きくなり、記録媒体のカールが発生しやすくなったためと推測される。

# [0037]

また、本発明の定着方法は、前記トナーのフローテスタ1/2法溶融温度をT1/2とするとき、第二の定着器を通過する前後の記録媒体上温度の最大値T2が、T2>T1/2のとき、光沢度の高い、光沢ムラの少ない、混色が進んだ色再現性に優れた画像となる。前記T2がT1/2以下であり、かつT2がt以上の場合には、画像面内光沢度の均一性は高いが、T2がT1/2より小さいために溶融状態での粘性流動性が不足し、トナー2次色で混色が不十分となり、色再現性が劣ったものとなることがある。また、T2がt以下の場合には、場合は、第2定着通過によって、加えられえる熱量が少ないため、トナー像を再溶解させることができないため、光沢度に変化を与えられず、トナー載り量の差が大きい画像において、光沢度ムラが顕著となる。また、定着強度も劣ったものとなる。

# [0038]

また、本発明の定着方法においては、前記トナーが離型剤を含有し、示差走査熱量計測定における吸熱曲線において、最大吸熱ピークのピーク温度が60乃至140℃の範囲にあることが好ましく、70乃至120℃の範囲に吸熱曲線の最大ピークがあることがより好ましい。最大吸熱ピークのピーク温度が60℃未満である場合は、高温環境に放置した際に離型剤がトナー表面に溶け出しやすくなり、トナーの耐ブロッキング性が悪くなることがある。また、高速現像を行う場合にトナーが現像スリーブ、キャリアにスペントしやすくなることがある。逆に最大吸熱ピークのピーク温度が140℃を超える場合は、トナー定着溶融時に離型剤が迅速に溶融トナー表面に移行できず、離型性に劣るようになるために、高温オフセットが発生し易くなり、定着性が低下してしまう。また、低温定着ができなくなり、高速現像に適応できなくなる場合がある。

# [0039]

具体的に離型剤としては、例えば低分子量ポリエチレン、低分子量ポリプロピレン、低分子量オレフィン共重合体、マイクロクリスタリン離型剤、パラフィン離型剤、フィッシャートロプシュ離型剤の如き脂肪族炭化水素系離型剤;酸化ポリエチレン離型剤の如き脂

肪族炭化水素系離量剤の酸化物;脂肪族炭化水素系エステル離型剤の如き脂肪酸エステルを主成分とする離型剤;及び脱酸カルナバ離型剤の如き脂肪酸エステルを一部又は全部を脱酸化したものが挙げられる。さらにベヘニン酸モノグリセリドの如き脂肪酸と多価アルコールの部分エステル化物;植物性油脂を水素添加することによって得られるヒドロキシル基を有するメチルエステル化合物等が挙げられる。特に好ましく用いられる離型剤としては、分子鎖が短く、かつ立体障害が少なくモビリティに優れるパラフィン離型剤の如き脂肪族炭化水素系離型剤である。

# [0040]

第一の定着器を通過する前後の記録媒体上温度の最大値T1は、160C以下であることが好ましく、110乃至160Cであることがより好ましく、さらに好ましくは130乃至145Cである。T1が160Cを超える場合、記録媒体のカールが発生しやすく、第2定着への円滑に突入せず、紙詰まり等の記録媒体の搬送不良が発生することがある。

# [0041]

また、第二の定着器を通過する前後の記録媒体上温度の最大値T2は、190 C以下であることが好ましく、140 乃至190 Cであることがより好ましく、さらに好ましくは150 乃至170 Cである。本発明範囲の時、オフセットや巻きつきが発生せず、光沢度均一性が高い画像となる。T2 が190 Cを超える場合、記録媒体と定着部材との分離性が悪化し、定着部材への巻きつきが発生することがある。

# [0042]

前記トナーが離型剤を含有する場合に、第1定着通過前後でTfb以上にまで加熱することで、ミクロ的には、離型剤の再凝集が起こり、見かけ上離型剤分散径が大きくなり、画像最表層へと染み出し露出している離型剤によって、第2定着通過時に定着部材からの記録媒体の離型性が向上する。結果として、定着部材からの分離が円滑に行われ、分離時に画像表面の平滑性が乱されることなく、光沢度の低下や光沢ムラのない、面内光沢の揃った画像となったと考えられる。また、この記録部材からの離型性の高さが、オフセットや巻きつきをも効果的に防止したと推測する。

# [0043]

第二の定着器通過前後の記録媒体上温度の最大値T2と第一の定着器突出から第二の定着器突入までの間の記録媒体上温度の最小値t2と第一の定着器突出から第二の定着器突入までの間の記録媒体上温度の最小値t2と第一の定着器突出から第二の定着器突入までの間の記録媒体上温度の最小値t2と第一の定着器突出から第二の定意 こことが好ましく、307至604 e g. であることが、記録媒体上の面内光沢度の均一性をあげる上でより好ましい。 $\Delta T$ 10未満の場合、光沢度が不足した画像となる場合がある。また、 $\Delta T$ 160を超える場合、光沢度は高いが、オフセットや巻きつきが発生しやすくなる。

#### [0044]

次に、本発明に用いられるトナーについて詳しく説明する。

#### [0045]

本発明のトナーは、少なくとも結着樹脂、着色剤を含有したものであり、本発明に係るトナーの結着樹脂としては、種々の樹脂を用いることができる。具体的には、ポリエステル系樹脂、スチレン系樹脂、アクリル系樹脂、スチレンーアクリル系共重合体樹脂、エポキシ系樹脂等を用いることができる。結着樹脂として、少なくともポリエステルユニットを有する樹脂が好ましく用いられる。

#### [0046]

本発明のトナーに好ましく用いられる結着樹脂は、(a)ポリエステル樹脂、又は(b)ポリエステルユニットとビニル系重合体ユニットを有しているハイブリッド樹脂、又は(c)ハイブリッド樹脂とビニル系重合体との混合物、又は(d)ポリエステル樹脂とビニル系重合体との混合物、及びもしくは(e)ハイブリッド樹脂とポリエステル樹脂との混合物、及び(f)ポリエステルユニットとハイブリッド樹脂とビニル系重合体との混合物のいずれかから選択される樹脂である。

# [0047]

なお、本発明において「ポリエステルユニット」とはポリエステルに由来する部分を示

7/

し、「ビニル系重一体ユニット」とはビニル系重合体に由来する部分を示す。ポリエステ ルユニットを構成するポリエステル系モノマーとしては、多価カルボン酸成分と多価アル コール成分であり、ビニル系重合体ユニットとは、ビニル基を有するモノマー成分であり 、モノマー中に多価カルボン酸成分とビニル基を有するモノマー、または多価アルコール 成分とビニル基を有するモノマーについては「ポリエステルユニット」成分として定義す る。

# [0048]

本発明のトナーに用いられる結着樹脂は、樹脂成分のゲルパーミエイションクロマトグ ラフィー(GPC)により測定される分子量分布が、メインピークを分子量3500乃至 35000の領域に有しており、好ましくは、分子量5000乃至20000の領域に有 しており、Mw/Mnが5. 0以上であることが好ましい。

# [0049]

メインピークが3500未満である場合には、トナーの耐高温オフセット性が不十分と なる。一方、メインピークが、分子量35000を超えると十分な低温定着性が得られな くなり、高速機での適用が難しくなる。また、Mw/Mnが5.0未満である場合には、 シャープメルトとなり、高いグロスは得られやすくなるが、耐高温オフセット性が得られ なくなる。

# [0050]

結着樹脂としてポリエステル系の樹脂を用いる場合は、アルコールとカルボン酸、もし くはカルボン酸無水物、カルボン酸エステル等が原料モノマーとして使用できる。具体的 には、例えば2価アルコール成分としては、ポリオキシプロピレン(2.2)-2,2-ビス (4-ヒドロキシフェニル) プロパン、ポリオキシプロピレン (3.3)-2,2-ビス (4-ヒドロキシフェニル) プロパン、ポリオキシエチレン (2.0)-2,2-ビ ス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン、ポリオキシプロピレン(2.0)-ポリオキシ エチレン(2.0) - 2, 2 - ビス(4 - ヒドロキシフェニル) プロパン、ポリオキシプロピレン (6) -2, 2-ビス (4-ヒドロキシフェニル) プロパン等のビスフェノール Aのアルキレンオキシド付加物、エチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチ レングリコール、1. 2ープロピレングリコール、1, 3ープロピレングリコール、1, 4-ブタンジオール、ネオペンチルグリコール、1,4-ブテンジオール、1,5-ペン タンジオール、1,6-ヘキサンジオール、1,4-シクロヘキサンジメタノール、ジプ ロピレングリコール、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、ポリテトラ メチレングリコール、ビスフェノールA、水素添加ビスフェノールA等が挙げられる。

# [0051]

3価以上のアルコール成分としては、例えばソルビトール、1, 2, 3, 6-ヘキサン テトローラー、1.4-ソルビタン、ペンタエリスリトール、ジペンタエリスリトール、 トリペンタエリスリトール、1,2,4ーブタントリオール、1,2,5ーペンタントリ オール、グリセローラー、2ーメチルプロパントリオール、2ーメチルー1,2,4ーブ タントリオール、トリメチローラーエタン、トリメチローラープロパン、1,3,5ート リヒドロキシメチルベンゼン等が挙げられる。

#### [0052]

酸成分としては、フタル酸、イソフタル酸及びテレフタル酸の如き芳香族ジカルボン酸 類又はその無水物;琥珀酸、アジピン酸、セバシン酸及びアゼライン酸の如きアルキルジ カルボン酸類又はその無水物;炭素数6乃至12のアルキル基で置換された琥珀酸もしく はその無水物;フマル酸、マレイン酸及びシトラコン酸の如き不飽和ジカルボン酸類又は その無水物;が挙げられる。

#### [0053]

それらの中でも、特に、下記一般式(1)で代表されるビスフェノール誘導体をジオー ル成分とし、2価以上のカルボン酸又はその酸無水物、又はその低級アルキルエステルと からなるカルボン酸成分(例えば、フマル酸、マレイン酸、無水マレイン酸、フタル酸、 テレフタル酸、トリメリット酸、ピロメリット酸等)を酸成分として、これらを縮重合し たポリエステル樹脂が、カラートナーとして、良好な帯電特性を有するので好ましい。 【0054】 【化1】

$$H(RO)_{x}O$$
 $CH_{3}$ 
 $O(RO)_{y}H$ 

〔式中、Rはエチレン、プロピレン基であり、x, yはそれぞれ1以上の整数であり、かつx+yの平均値は2乃至10である。〕

# [0055]

また、非線形状ポリエステル樹脂を形成するための三価以上の多価カルボン酸成分としては、例えば、1, 2, 4 - ベンゼントリカルボン酸、1, 2, 5 - ベンゼントリカルボン酸、1, 2, 4 - ナフタレントリカルボン酸、2, 5, 7 - ナフタレントリカルボン酸、1, 2, 4, 5 - ベンゼンテトラカルボン酸および、これらの無水物やエステル化合物が挙げられる。三価以上の多価カルボン酸成分の使用量は、全モノマー基準で0. 1 乃至1. 9 m o 1% が好ましい。

# [0056]

さらに結着樹脂として、ポリエステルユニットとビニル系重合体ユニットを有しているハイブリッド樹脂を用いる場合、さらに良好な離型剤分散性と、低温定着性、耐オフセット性の向上が期待できる。本発明に用いられる「ハイブリッド樹脂成分」とは、ビニル系重合体ユニットとポリエステルユニットが化学的に結合された樹脂を意味する。具体的には、ポリエステルユニットと(メタ)アクリル酸エステルの如きカルボン酸エステル基を有するモノマーを重合したビニル系重合体ユニットとがエステル交換反応によって形成されるものであり、好ましくはビニル系重合体を幹重合体、ポリエステルユニットを枝重合体としたグラフト共重合体(あるいはブロック共重合体)を形成するものである。

# [0057]

ビニル系重合体を生成するためのビニル系モノマーとしては、次のようなものが挙げら れる。スチレン;ο-メチルスチレン、m-メチルスチレン、p-メチルスチレン、α-メチルスチレン、n-フェニルスチレン、n-エチルスチレン、2,4-ジメチルスチレ ン、p-n-ブチルスチレン、p-tert-ブチルスチレン、p-n-ヘキシルスチレ ン、p-n-オクチルスチレン、p-n-ノニルスチレン、p-n-デシルスチレン、p - n - ドデシルスチレン、 p - メトキシスチレン、 p - クローラースチレン、 3 , 4 - ジ クローラースチレン、m-ニトロスチレン、o-ニトロスチレン、p-ニトロスチレンの 如きスチレン及びその誘導体;エチレン、プロピレン、ブチレン、イソブチレンの如きス チレン不飽和モノオレフィン類;ブタジエン、イソプレンの如き不飽和ポリエン類;塩化 ビニル、塩化ビニルデン、臭化ビニル、フッ化ビニルの如きハロゲン化ビニル類;酢酸ビ ニル、プロピオン酸ビニル、ベンゾエ酸ビニルの如きビニルエステル類;メタクリル酸メ チル、メタクリル酸エチル、メタクリル酸プロピル、メタクリル酸n-ブチル、メタクリ ル酸イソブチル、メタクリル酸n-オクチル、メタクリル酸ドデシル、メタクリル酸2-エチルヘキシル、メタクリル酸ステアリル、メタクリル酸フェニル、メタクリル酸ジメチ ルアミノエチル、メタクリル酸ジエチルアミノエチルの如きα-メチレン脂肪族モノカル ボン酸エステル類;アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸プロピル、アクリ ル酸nーブチル、アクリル酸イソブチル、アクリル酸nーオクチル、アクリル酸ドデシル 、アクリル酸2-エチルヘキシル、アクリル酸ステアリル、アクリル酸2-クローラーエ チル、アクリル酸フェニルの如きアクリル酸エステル類;ビニルメチルエーテル、ビニル エチルエーテル、ビニルイソブチルエーテルの如きビニルエーテル類;ビニルメチルケト ン、ビニルヘキシルケトン、メチルイソプロペニルケトンの如きビニルケトン類;N-ビ ニルピローラー、N-ビニルカルバゾール、N-ビニルインドール、N-ビニルピロリド ンの如きN-ビニル化合物:ビニルナフタリン類;アクリロニトリル、メタクリロニトリ ル、アクリルアミドの如きアクリル酸もしくはメタクリル酸誘導体等が挙げられる。



さらに、マレイン酸、シトラコン酸、イタコン酸、アルケニルコハク酸、フマル酸、メサコン酸の如き不飽和二塩基酸;マレイン酸無水物、シトラコン酸無水物、イタコン酸無水物、アルケニルコハク酸無水物の如き不飽和二塩基酸無水物;マレイン酸メチルハーフエステル、マレイン酸エチルハーフエステル、マレイン酸ブチルハーフエステル、シトラコン酸エチルハーフエステル、シトラコン酸ブチルハーフエステル、シトラコン酸ブチルハーフエステル、カーフエステル、イタコン酸メチルハーフエステル、アルケニルコハク酸メチルハーフエステル、ステル、フマル酸メチルハーフエステル、メサコン酸メチルハーフエステルの如き不飽和二塩基酸のハーフエステル;ジメチルマレイン酸、ジメチルフマル酸の如き不飽和二塩基酸エステル;アクリル酸、メタクリル酸、クロトン酸、ケイヒ酸の如き  $\alpha$ ,  $\beta$  一不飽和酸エステル;アクリル酸、メタクリル酸、クロトン酸、ケイヒ酸の如き  $\alpha$ ,  $\beta$  一不飽和酸無水物、前記  $\alpha$ ,  $\beta$  一不飽和酸と低級脂肪酸との無水物;アルケニルマロン酸、アルケニルグルタル酸、アルケニルアジピン酸、これらの酸無水物及びこれらのモノエステルの如きカルボキシル基を有するモノマーが挙げられる。

# [0059]

さらに、2-ヒドロキシエチルアクリレート、2-ヒドロキシエチルメタクリレート、2-ヒドロキシプロピルメタクリレートなどのアクリル酸またはメタクリル酸エステル類;4-(1-ヒドロキシ-1-メチルブチル)スチレン、4-(1-ヒドロキシ-1-メチルヘキシル)スチレンの如きヒドロキシ基を有するモノマーが挙げられる。

# [0060]

本発明のトナーにおいて、結着樹脂のビニル系重合体ユニットは、ビニル基を2個以上 有する架橋剤で架橋された架橋構造を有していてもよいが、この場合に用いられる架橋剤 は、芳香族ジビニル化合物として例えば、ジビニルベンゼン、ジビニルナフタレンが挙げ られ;アルキル鎖で結ばれたジアクリレート化合物類として例えば、エチレングリコール ジアクリレート、1,3-ブチレングリコールジアクリレート、1,4-ブタンジオール ジアクリレート、1,5-ペンタンジオールジアクリレート、1,6ヘキサンジオールジ アクリレート、ネオペンチルグリコールジアクリレート及び以上の化合物のアクリレート をメタクリレートに代えたものが挙げられ;エーテル結合を含むアルキル鎖で結ばれたジ アクリレート化合物類としては、例えば、ジエチレングリコールジアクリレート、トリエ チレングリコールジアクリレート、テトラエチレングリコールジアクリレート、ポリエチ レングリコール#400ジアクリレート、ポリエチレングリコール#600ジアクリレー ト、ジプロピレングリコールジアクリレート及び以上の化合物のアクリレートをメタクリ レートに代えたものが挙げられ;芳香族基及びエーテル結合を含む鎖で結ばれたジアクリ レート化合物類として例えば、ポリオキシエチレン(2)-2,2-ビス(4-ヒドロキ シフェニル)プロパンジアクリレート、ポリオキシエチレン(4)-2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパンジアクリレート及び以上の化合物のアクリレートをメタク リレートに代えたものが挙げられる。

#### [0061]

多官能の架橋剤としては、ペンタエリスリトールトリアクリレート、トリメチローラーエタントリアクリレート、トリメチローラープロパントリアクリレート、テトラメチローラーメタンテトラアクリレート、オリゴエステルアクリレート及び以上の化合物のアクリレートをメタクリレートに代えたもの;トリアリルシアヌレート、トリアリルトリメリテートが挙げられる。

# [0062]

本発明ではビニル系重合体成分及び/又はポリエステル樹脂成分中に、両樹脂成分と反応し得るモノマー成分を含むことが好ましい。ポリエステル樹脂成分を構成するモノマーのうちビニル系重合体と反応し得るものとしては、例えば、フタル酸、マレイン酸、シトラコン酸、イタコン酸の如き不飽和ジカルボン酸又はその無水物などが挙げられる。ビニル系重合体成分を構成するモノマーのうちポリエステル樹脂成分と反応し得るものとしては、カルボキシル基又はヒドロキシ基を有するものや、アクリル酸もしくはメタクリル酸

エステル類が挙げっれる。

# [0063]

ビニル系重合体とポリエステル樹脂の反応生成物を得る方法としては、先に挙げたビニル系重合体及びポリエステル樹脂のそれぞれと反応しうるモノマー成分を含むポリマーが存在しているところで、どちらか一方もしくは両方の樹脂の重合反応をさせることにより得る方法が好ましい。

# [0064]

本発明のビニル系重合体を製造する場合に用いられる重合開始剤としては、例えば、2 , 2'-アゾビスイソブチロニトリル、2, 2'-アゾビス(4-メトキシー2, 4-ジ メチルバレロニトリル)、2,2'-アゾビス(-2,4-ジメチルバレロニトリル)、 2, 2'-アゾビス (-2メチルブチロニトリル)、ジメチル-2, 2'-アゾビスイソ ブチレート、1, 1'ーアゾビス(1-シクロヘキサンカルボニトリル)、2-(カーバ モイルアゾ) ーイソブチロニトリル、2, 2' ーアゾビス (2, 4, 4ートリメチルペン タン)、2-フェニルアゾー2、4-ジメチルー4-メトキシバレロニトリル、2、2' -アゾビス(2-メチループロパン)、メチルエチルケトンパーオキサイド、アセチルア セトンパーオキサイド、シクロヘキサノンパーオキサイドの如きケトンパーオキサイド類 、2.2-ビス(t-ブチルパーオキシ)ブタン、t-ブチルハイドロパーオキサイド、 クメンハイドロパーオキサイド、1,1,3,3-テトラメチルブチルハイドロパーオキ サイド、ジーt-ブチルパーオキサイド、t-ブチルクミルパーオキサイド、ジークミル パーオキサイド、α, α' ービス (tーブチルパーオキシイソプロピル) ベンゼン、イソ ブチルパーオキサイド、オクタノイルパーオキサイド、デカノイルパーオキサイド、ラウ ロイルパーオキサイド、3,5,5-トリメチルヘキサノイルパーオキサイド、ベンゾイ ルパーオキサイド、m-トリオイルパーオキサイド、ジーイソプロピルパーオキシジカー ボネート、ジー2-エチルヘキシルパーオキシジカーボネート、ジーn-プロピルパーオ キシジカーボネート、ジー2-エトキシエチルパーオキシカーボネート、ジーメトキシイ ソプロピルパーオキシジカーボネート、ジ(3-メチル-3-メトキシブチル)パーオキ シカーボネート、アセチルシクロヘキシルスルホニルパーオキサイド、tーブチルパーオ キシアセテート、 t - ブチルパーオキシイソブチレート、 t - ブチルパーオキシネオデカ ノエイト、t-ブチルパーオキシ2-エチルヘキサノエイト、t-ブチルパーオキシラウ レート、tーブチルパーオキシベンゾエイト、tーブチルパーオキシイソプロピルカーボ ネート、ジー t - ブチルパーオキシイソフタレート、 t - ブチルパーオキシアリルカーボ ネート、t-アミルパーオキシ2-エチルヘキサノエート、ジーt-ブチルパーオキシへ キサハイドロテレフタレート. ジー t -ブチルパーオキシアゼレートが挙げられる。

# [0065]

本発明のトナーに用いられるハイブリッド樹脂を調製できる製造方法としては、例えば 、以下の(1)乃至(6)に示す製造方法を挙げることができる。

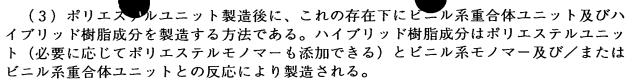
# [0066]

(1) ビニル系重合体、ポリエステル樹脂及びハイブリッド樹脂成分をそれぞれ製造後にブレンドする方法であり、ブレンドは有機溶剤(例えば、キシレン)に溶解・膨潤した後に有機溶剤を留去して製造される。尚、ハイブリッド樹脂成分は、ビニル系重合体とポリエステル樹脂を別々に製造後、少量の有機溶剤に溶解・膨潤させ、エステル化触媒及びアルコールを添加し、加熱することによりエステル交換反応を行なって合成されるエステル化合物を用いることができる。

# [0067]

(2) ビニル系重合体ユニット製造後に、これの存在下にポリエステルユニット及びハイブリッド樹脂成分を製造する方法である。ハイブリッド樹脂成分はビニル系重合体ユニット(必要に応じてビニル系モノマーも添加できる)とポリエステルモノマー(アルコール、カルボン酸)及び/またはポリエステルとの反応により製造される。この場合も適宜、有機溶剤を使用することができる。

# [0068]



# [0069]

(4) ビニル系重合体ユニット及びポリエステルユニット製造後に、これらの重合体ユニット存在下にビニル系モノマー及び/またはポリエステルモノマー(アルコール、カルボン酸) を添加することによりハイブリッド樹脂成分を製造される。この場合も適宜、有機溶剤を使用することができる。

# [0070]

(5) ハイブリッド樹脂成分を製造後、ビニル系モノマー及び/またはポリエステルモノマー(アルコール、カルボン酸)を添加して付加重合及び/又は縮重合反応を行うことによりビニル系重合体ユニット及びポリエステルユニットが製造される。この場合、ハイブリッド樹脂成分は上記(2)乃至(4)の製造方法により製造されるものを使用することもでき、必要に応じて公知の製造方法により製造されたものを使用することもできる。さらに、適宜、有機溶剤を使用することができる。

# [0071]

(6) ビニル系モノマー及びポリエステルモノマー(アルコール、カルボン酸等)を混合して付加重合及び縮重合反応を連続して行うことによりビニル系重合体ユニット、ポリエステルユニット及びハイブリッド樹脂成分が製造される。さらに、適宜、有機溶剤を使用することができる。

# [0072]

上記(1)乃至(5)の製造方法において、ビニル系重合体ユニット及び/またはポリエステルユニットは複数の異なる分子量、架橋度を有する重合体ユニットを使用することができる。

# [0073]

尚、本発明のトナーに含有される結着樹脂は、上記ポリエステル樹脂と上記ハイブリッド樹脂との混合物を使用しても良い。

#### [0074]

本発明のトナーに含有される結着樹脂は、上記ポリエステル樹脂とビニル系重合体との混合物を使用しても良い。

#### [0075]

本発明のトナーに含有される結着樹脂は、上記ハイブリッド樹脂とビニル系重合体との混合物を使用しても良い。

# [0076]

本発明のトナーには、必要に応じて種々の添加剤が含有されていてもよい。これら添加剤としては、例えば着色剤、荷電制御剤、離型剤、流動化剤等がある。

#### [0077]

本発明に用いられるトナーの着色剤としては、公知の顔料及び染料を単独で、又は併せて用いることができる。例えば染料としては、C. I. ダイレクトレッド1、C. I. ダイレクトレッド4、C. I. アシッドレッド1、C. I. ベーシックレッド1、C. I. モーダントレッド30、C. I. ダイレクトブルー1、C. I. ダイレクトブルー2、C. I. アシッドブルー9、C. I. アシッドブルー15、C. I. ベーシックブルー3、C. I. ベーシックブルー5、C. I. モーダントブルー7、C. I. ダイレクトグリーン6、C. I. ベーシックグリーン4、C. I. ベーシックグリーン6等が挙げられる。

#### [0078]

顔料としては、ミネラルファストイエロー、ネーブルイエロー、ナフトールイエローS、ハンザイエローG、パーマネントイエローNCG、タートラジンレーキ、モリブデンオレンジ、パーマネントオレンジGTR、ピラゾロンオレンジ、ベンジジンオレンジG、パーマネントレッド4R、ウオッチングレッドカルシウム塩、エオシンレーキ、ブリリアン

トカーミン3B、マンガン紫、ファストバイオレットB、メチルバイオレットレーキ、コバルトブルー、アルカリブルーレーキ、ビクトリアブルーレーキ、フタロシアニンブルー、ファーストスカイブルー、インダンスレンブルーBC、クロムグリーン、ピグメントグリーンB、マラカイトグリーンレーキ、ファイナルイエローグリーンG等が挙げられる。

# [0079]

また、フルカラー画像形成用トナーとして使用する場合には、マゼンタ用着色顔料としては、C. I. ピグメントレッド 1、2、3、4、5、6、7、8、9、10、11、12、13、14、15、16、17、18、19、21、22、23、30、31、32、37、38、39、40、41、48、49、50、51、52、53、54、55、57、58、60、63、64、68、81、83、87、88、89、90、112、114、122、123、163、202、206、207、209、238、C. I. ピグメントバイオレット19、C. I. バットレッド 1、2、10、13、15、23、29、35等が挙げられる。

# [0800]

係る顔料を単独で使用しても構わないが、染料と顔料と併用してもよい。マゼンタ用染料としては、C. I. ソルベントレッド1、3、8、23、24、25、27、30、49、81、82、83、84、100、109、121、C. I. ディスパースレッド9、C. I. ソルベントバイオレット8、13、14、21、27、C. I. ディスパースバイオレット1の如き油溶染料; C. I. ベーシックレッド1、2、9、12、13、14、15、17、18、22、23、24、27、29、32、34、35、36、37、38、39、40、C. I. ベーシックバイオレット1、3、7、10、14、15、21、25、26、27、28の如き塩基性染料が挙げられる。

# [0081]

# [0082]

イエロー用着色顔料としては、C. I. ピグメントイエロー1、2、3、4、5、6、7、10、11、12、13、14、15、16、17、23、65、73、74、83、93、97、155、180、185、C. I. バットイエロー1、3、20等が挙げられる。

#### [0083]

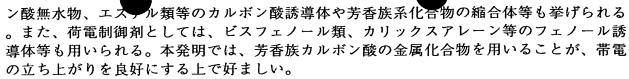
黒色の顔料として、例えば、ファーネスブラック、チャンネルブラック、アセチレンブラック、サーマルブラック、ランプブラック等のカーボンブラックが用いられ、また、マグネタイト、フェライト等の磁性粉や、または、上記に示すイエロー/マゼンタ/シアン/黒色着色剤を用いて黒色に調色されたものが利用できる。用いられる。

# [0084]

着色剤の使用量は、結着樹脂100質量部に対して1乃至15質量部であることが好ましく、3乃至12質量部であることがより好ましく、4乃至10質量部であることがさらに好ましい。着色剤の含有量が15質量部より多い場合には、透明性が低下し、加えて人間の肌色に代表されるような中間色の再現性も低下し易くなり、さらにはトナーの帯電性の安定性が低下し、また低温定着性も得られにくくなる。着色剤の含有量が1質量部より少ない場合には、着色力が低くなり、濃度を出すためにトナーを多く使用しなければならなくなり、低温定着性に劣る場合がある。

#### [0085]

本発明のトナーは、公知の荷電制御剤と組み合わせて使用することもできる。このような荷電制御剤としては、例えば、有機金属錯体、金属塩、キレート化合物で、モノアゾ金属錯体、アセチルアセトン金属錯体、ヒドロキシカルボン酸金属錯体、ポリカルボン酸金属錯体、ポリオール金属錯体等が挙げられる。その他には、カルボン酸の金属塩、カルボ



# [0086]

本発明においては、荷電制御剤は、結着樹脂100質量部に対する含有量が0.1乃至10質量部であることが好ましく、0.2乃至5質量部であることがより好ましい。0.1質量部より少ないと高温高湿から低温低湿までの環境でのトナーの帯電量の変化が大きくなる場合がある。10質量部より多いとトナーの低温定着性に劣る場合がある。

# [0087]

本発明に用いられる離型剤は、先述の通りであるが、結着樹脂100質量部に対する含有量が1乃至10質量部であることが好ましく、2乃至8質量部であることがより好ましい。前記含有量が1質量部より少ないと、オイルレス定着時にうまく離型性を発揮できなかったり、低温定着性を満足できなかったりすることがある。10質量部を超えると、トナー表面へ離型剤が滲み出しやすくなり、現像性が悪化したり、耐スペント性が悪化、場合がある。本発明で用いられるワックスは、GPC測定による分子量分布において、数平均分子量(Mn)が好ましくは200乃至2000、より好ましくはMn350乃至100であり、重量平均分子量(Mw)が好ましくは200乃至2500、より好ましは350乃至1200であることが良い。ワックスが上記範囲の分子量分布を持つことは350乃至1200であることが良い。ワックスが上記範囲の分子量分布を持つことはい、トナーに好ましい熱特性をもたせることができる。すなわち、上記範囲よりMn又はMwが小さくなると、熱的影響を過度に受けやすく、耐ブロッキング性、現像性に劣るようになり、上記範囲よりMn又はMwが大きくなると、外部からの熱を効果的に利用できず、優れた定着性、耐オフセット性を得ることができにくい。Mw/Mnが2より大きくなると、分子量分布が広いために溶融挙動が熱に対してシャープでなくなり、良好な定着性と耐オフセット性を共に満足する領域が得られ難くなる。

# [0088]

本発明に用いられるトナーには、流動性や現像性を制御する流動化剤として、公知の外添剤を添加することができる。外添剤としては、シリカ、アルミナ、酸化チタン、酸化セリウム等の各種無機酸化微粒子、必要に応じて疎水化処理した微粒子、ビニル系重合体、ステアリン酸亜鉛、樹脂微粒子等が使用できる。外添剤の添加量は、トナー粒子に対して0.02乃至5質量%の範囲が好ましい。

#### [0089]

さらには、帯電特性、流動性及び転写性向上を目的として酸化チタンの添加が好ましく、 、さらに好ましくは、シリカと酸化チタンを併用することが好ましい。

#### [0090]

酸化チタンを用いる理由としては、トナーの帯電特性を損ねることなく、流動性付与が 十分に行われるためである。シリカのみを添加した場合、ネガ性が強いことから表面チャ ージアップを生じやすい。一方、その他の金属酸化物の場合、耐久時に帯電を低下させる

# [0091]

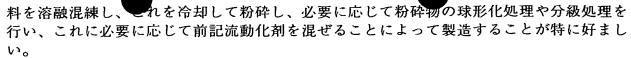
また、本発明に用いられる外添剤の一次粒径は、10乃至200mmであることが、流動性付与と耐久時におけるキャリアへの付着による帯電能劣化防止を両立させるために好ましい。また、BET法による比表面積は、20~500m²/gであることが好ましい

# [0092]

次に、本発明のトナーを製造する方法について説明する。本発明に使用できるトナー製造方法については、特に限定されず、従来公知の各種製造方法が用いられる。

# [0093]

本発明のトナーは、材料選択の幅が広く、フローテスタ物性を制御しやすさの観点から 以下の製造方法が好適に用いられる。本発明のトナーは、結着樹脂、着色剤及び任意の材



# [0094]

まず、原料混合工程では、トナー内添剤として、少なくとも樹脂、着色剤を所定量秤量して配合し、混合する。混合装置の一例としては、ダブルコン・ミキサー、V型ミキサー、ドラム型ミキサー、スーパーミキサー、ヘンシェルミキサー、ナウターミキサー等がある。

# [0095]

更に、上記で配合し、混合したトナー原料を溶融混練して、樹脂類を溶融し、その中に 着色剤等を分散させる。その溶融混練工程では、例えば、加圧ニーダー、バンバリィミキ サー等のバッチ式練り機や、連続式の練り機を用いることができる。近年では、連続生産 できる等の優位性から、一軸又は二軸押出機が主流となっており、例えば、神戸製鋼所社 製KTK型二軸押出機、東芝機械社製TEM型二軸押出機、ケイ・シー・ケイ社製二軸押 出機、ブス社製コ・ニーダー等が一般的に使用される。更に、トナー原料を溶融混練する ことによって得られる着色樹脂組成物は、溶融混練後、2本ロール等で圧延され、水冷等 で冷却する冷却工程を経て冷却される。

# [0096]

そして一般的には上記で得られた着色樹脂組成物の冷却物は、次いで、粉砕工程で所望の粒径にまで粉砕される。粉砕工程では、まず、クラッシャー、ハンマーミル、フェザーミル等で粗粉砕され、更に、川崎重工業社製のクリプトロンシステム、日清エンジニアリング社製のスーパーローター等で粉砕される。その後、必要に応じて慣性分級方式のエルボージェット(日鉄鉱業社製)、遠心力分級方式のターボプレックス(ホソカワミクロン社製)等の分級機等の篩分機を用いて分級して分級品を得る。

# [0097]

また、本発明おいては、分級及び表面改質処理を同時に行うことができる、図4に示した表面改質装置が好ましく用いられる。

### [0098]

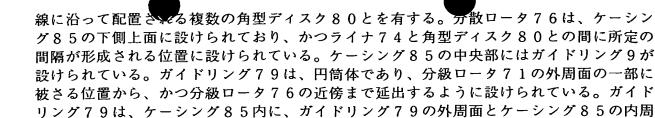
図7に示す表面改質装置は、ケーシング85と、冷却水或いは不凍液を通水できるジャケット(不図示)と、所定の粒径以下の微粒子を分ける分級手段である分級ロータ71と、粒子に機械的な衝撃を与えて前記粒子の表面を処理する表面処理手段である分散ロータ76と、分散ロータ76の外周に対して所定の間隔を有して周設されるライナ74と、分級ロータ71で分けられた粒子のうちの所定の粒径を含む粒子を分散ロータ76に案内する案内手段であるガイドリング79と分級ロータ71で分けられた粒子のうちの所定の粒径以下の微粒子を装置の外に排出する排出手段である微粉回収用排出口72と、分散ロータ76で表面を処理された粒子を分級ロータ71に送る粒子循環手段である冷風導入口75と、被処理粒子をケーシング85内に導入するための原料供給口73と、表面を処理された粒子をケーシング85内から排出するための開閉自在な粉体排出口77及び排出弁78とを有する。

#### [0099]

分級ロータ71は、円筒状のロータであり、ケーシング85内の上側一端部に設けられている。微粉回収用排出口72は、分級ロータ71の内側の粒子を排出するように、ケーシング85の一端部に設けられている。原料供給口73は、ケーシング85の周面の中央部に設けられている。冷風導入口75は、ケーシング85の周面の他端面側に設けられている。粉体排出口77は、ケーシング85の周面で原料供給口73に対向する位置に設けられている。排出弁78は、粉体排出口77を自在に開閉する弁である。

# [0100]

冷風導入口75と、原料供給口73及び粉体排出口77との間には、分散ロータ76及びライナ74が設けられている。ライナ74は、ケーシング85の内周面に沿って周設されている。分散ロータ76は、図8に示すように、円盤と、この円盤の周縁に、円盤の法



# [0101]

の空間82とを形成する。

なお、分散ロータ76は、角型ディスク80の代わりに円柱状のピンを有していても良い。ライナ74は、本実施の形態では角型ディスク80に対向する表面に多数の溝が設けられているものとするが、表面に溝を有さないものであっても良い。また、分級ロータ71の設置方向は、図7に示したように縦型でも構わないし、横型でも構わない。また、分級ロータ71の個数は、図7に示したように単体でも構わないし、複数でも構わない。

面とに挟まれた空間である第一の空間81と、ガイドリング79の内側の空間である第二

# [0102]

また、必要に応じて、例えば奈良機械製作所製のハイブリタイゼーションシステム、ホソカワミクロン社製のメカノフージョンシステムを用いて更に表面改質及び球形化処理を行ってもよい。このような場合では必要に応じて風力式篩のハイボルター(新東京機械社製)等の篩分機を用いても良い。更に、外添剤を外添処理する方法としては、分級されたトナーと公知の各種外添剤を所定量配合し、ヘンシェルミキサー、スーパーミキサー等の粉体にせん断力を与える高速撹拌機を外添機として用いて、撹拌・混合する方法が挙げられる。

# [0103]

また、本発明に使用可能なトナーを製造する他の方法としては、懸濁重合方法を用いて直接トナー粒子を生成する方法や、単量体には可溶で得られる重合体が不溶な水系有機溶剤を用い直接トナー粒子を生成する分散重合方法、又は水溶性極性重合開始剤存在下で直接重合しトナー粒子を生成するソープフリー重合方法に代表される乳化重合方法を用いトナー粒子を製造する方法等が挙げられる。また、マイクロカプセル製法のような界面重合法、in situ重合法、コアセルベーション法などの製造方法も使用することができる。

# [0104]

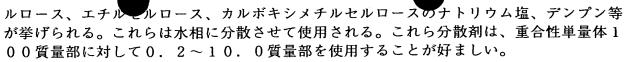
懸濁重合法を用いてトナー粒子を生成する場合には、重合開始剤として、2,2'ーアゾヒスー(2,4ージメチルバレロニトリル)、2,2'ーアゾビスイソブチロニトリル、1,1'ーアゾビス(シクロヘキサンー1ーカルボニトリル、2,2'ーアゾビスー4ーメトキシー2,4ージメチルバレロニトリル、アゾビスイソブチロニトリルの如きアゾ系重合開始剤;ベンゾイルペルオキシド、メチルエチルケトンペルオキシド、ジイソプロピルペルオキシカーボネート、クメンヒドロペルオキシド、2,4ージクロロベンゾイルペルオキシド、ラウロイルペルオキシドの如き過酸化物系重合開始剤が用いられる。

# [0105]

重合開始剤の添加量は、目的とする重合度により変化するが、一般的には単量体に対し 0.5~20質量%添加され用いられる。重合開始剤の種類は、重合方法により若干異な るが、10時間半減期温度を参考に、単独又は混合し利用される。重合度を制御するため の公知の架橋剤,連鎖移動剤,重合禁止剤等を更に添加し用いることも可能である。

#### [0106]

トナーの製造方法として懸濁重合を利用する場合には、分散剤として無機系酸化物を用いることができる。無機系酸化物としては、リン酸三カルシウム、リン酸マグネシウム、リン酸アルミニウム、リン酸亜鉛、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、水酸化カルシウム、水酸化マグネシウム、水酸化アルミニウム、メタケイ酸カルシウム、硫酸カルシウム、硫酸バリウム、ベントナイト、シリカ、アルミナ等が挙げられる。有機系化合物としては、ポリビニルアルコール、ゼラチン、メチルセルロース、メチルヒドロキシプロピルセ



# [0107]

これら分散剤は、市販のものをそのまま用いても良いが、細かい均一な粒度を有する分散粒子を得るために、分散媒中にて高速撹拌下にて該無機化合物を生成させることも出来る。例えば、リン酸三カルシウムの場合、高速撹拌下において、リン酸ナトリウム水溶液と塩化カルシウム水溶液を混合することで懸濁重合方法に好ましい分散剤を得ることが出来る。また、これら分散剤の微細化のための0.001~0.1質量部の界面活性剤を併用しても良い。具体的には市販のノニオン型、アニオン型又はカチオン型の界面活性剤が利用でき、例えばドデシル硫酸ナトリウム、テトラデシル硫酸ナトリウム、ペンダデシル硫酸ナトリウム、オクチル硫酸ナトリウム、オレイン酸ナトリウム、ラウリル酸ナトリウム、ステアリン酸カリウム、オレイン酸カルシウムが好ましく用いられる。

# [0108]

トナーの製造方法に直接重合方法を用いる場合においては、以下の如き製造方法によって具体的にトナーを製造することが可能である。単量体中に低軟化物質からなる離型剤、着色剤、荷電制御剤、重合開始剤その他の添加剤を加え、ホモジナイザー、超音波分散機等によって均一に溶解又は分散せしめた単量体組成物を、分散安定剤を含有する水相中に通常の撹拌機またはホモミキサー、ホモジナイザー等により分散させる。好ましくは単量体組成物からなる液滴を所望のトナー粒子のサイズを有するように撹拌速度・時間を調整し、造粒する。その後は分散安定剤の作用により、粒子状態が維持され、且つ粒子の沈隆が防止される程度の撹拌を行えば良い。重合温度は40℃以上、一般的には50~90℃の温度に設定して重合を行う。重合反応後半に昇温しても良く、更に、耐久特性向上の目的で、未反応の重合性単量体及び副生成物を除去するために反応後半又は反応終了後に、一部水系媒体を留去しても良い。反応終了後、生成したトナー粒子を洗浄及びろ過により回収し、乾燥する。懸濁重合法においては、通常単量体系100質量部に対して水300~3000質量部を分散媒として使用するのが好ましい。

### [0109]

次に、得られたトナー粒子に無機微粒子及び必要に応じて他の外添剤を外添する。外添処理する方法としては、分級されたトナー粒子と上述の無機微粒子(A)並びに必要に応じて無機微粒子(B)及び他の公知の各種外添剤を所定量配合し、ヘンシェルミキサー、スーパーミキサー等の、粉体にせん断力を与える高速撹拌機を外添機として用いて、撹拌・混合することにより本発明のトナーを得ることができる。

#### [0110]

加えて、本発明のトナーの重量平均粒径は、 $4\sim10~\mu$  mであることが好ましく、 $5\sim9~\mu$  mであることがより好ましい。

#### [0111]

トナーの重量平均粒径が10μmより大きい場合は、高画質化に寄与し得る微粒子が少ないことを意味し、高い画像濃度が得られ易く、トナーの流動性に優れるというメリットがあるものの、感光ドラム上の微細な静電荷像上には忠実に付着しづらく、ハイライト部の再現性が低下し、さらに解像性も低下する。また、必要以上にトナーが静電荷像に乗りすぎが起こり、トナー消費量の増大を招きやすい傾向にもある。

# [0112]

逆にトナーの重量平均粒径が  $4 \mu$  mより小さい時には、トナーの単位質量あたりの帯電量が高くなり、画像濃度の低下、特に低温低湿下での画像濃度の低下が顕著となる。これでは、特にグラフィック画像の如き画像面積比率の高い用途には不向きである。

# [0113]

さらに4 µ mより小さい時には、キャリアなどの帯電付与部材との接触帯電がスムーズに行われにくく、充分に帯電し得ないトナーが増大し、非画像部への飛び散りによるカブリが目立つ様になる。これに対処すべくキャリアの比表面積を稼ぐためにキャリアの小径

化が考えられるか、重量平均径が 4 μ m未満のトナーでは、下ナー自己凝集も起こり易く、キャリアとの均一混合が短時間では達成されにくく、トナーの連続補給耐久においては、カブリが生じてしまう傾向にある。

# [0114]

本発明のトナーは、トナーのみからなる(キャリアを含まない)一成分系現像剤及びト ナーとキャリアとからなる二成分系現像剤のいずれにも適用できるものであり、何ら限定 されないが、本発明のトナーを二成分系現像剤に用いる場合に、トナーは磁性キャリアと 混合して使用される。磁性キャリアとしては、例えば表面酸化又は未酸化の鉄、リチウム 、カルシウム、マグネシウム、ニッケル、銅、亜鉛、コバルト、マンガン、クロム、希土 類の如き金属粒子、それらの合金粒子、酸化物粒子及びフェライト等が使用できる。上記 磁性キャリア粒子の表面を樹脂で被覆した被覆キャリアは、現像スリーブに交流バイアス を印加する現像法において特に好ましい。被覆方法としては、樹脂の如き被覆材を溶剤中 に溶解もしくは懸濁せしめて調製した塗布液を磁性キャリアコア粒子表面に付着せしめる 方法、磁性キャリアコア粒子と被覆材とを粉体で混合する方法等、従来公知の方法が適用 できる。磁性キャリアコア粒子表面への被覆材料としては、シリコーン樹脂、ポリエステ ル樹脂、スチレン系樹脂、アクリル系樹脂、ポリアミド、ポリビニルブチラール、アミノ アクリレート樹脂が挙げられる。これらは、単独或いは複数で用いる。上記被覆材料の処 理量は、キャリアコア粒子に対し $0.1 \sim 30$ 質量%(好ましくは $0.5 \sim 20$ 質量%) が好ましい。これらキャリアの平均粒径は10~100μm、好ましくは20~70μm を有することが好ましい。本発明のトナーと磁性キャリアとを混合して二成分系現像剤を 調製する場合、その混合比率は現像剤中のトナー濃度として、2~15質量%、好ましく は4~13質量%にすると通常良好な結果が得られる。トナー濃度が2質量%未満では画 像濃度が低下しやすく、15質量%を超えるとカブリや機内飛散が発生しやすい。

# [0115]

特に、マンガン、マグネシウム及び鉄成分を主成分として形成されるMn-Mg-Feの3元素の磁性フェライト粒子がキャリアとして好ましい。このような磁性キャリアは、樹脂で被覆されていることが好ましく、樹脂としてはシリコーン樹脂が好ましい。特に、含窒素シリコーン樹脂または、含窒素シランカップリング剤とシリコーン樹脂とが反応することにより生成した変性シリコーン樹脂が、本発明トナーへのマイナスの摩擦電荷の付与性、環境安定性、キャリアの表面の汚染に対する抑制の点で好ましい。

### [0116]

磁性キャリアは、個数平均粒径が15乃至 $60\mu$ m(より好ましくは、25乃至 $50\mu$ m)がトナーの重量平均粒径との関係で好ましい。磁性キャリアを構成する磁性粒子を上記の個数平均粒径を有するように調製する方法としては、例えば、篩を用いることによる分級によって行うことが可能である。特に、精度良く分級を行うために、適当な目開きの篩を用いて複数回くり返してふるうことが好ましい。また、メッシュの開口の形状をメッキ等によって制御したものを使うことも有効な手段である。

#### $[0\ 1\ 1\ 7\ ]$

以下に本発明に関わる物性の分析・測定方法について述べる。

#### [0118]

# <記録媒体上温度>

前記記録媒体上温度とは、記録媒体(坪量157( $g/m^2$ ) コート紙)表面に高速応答性熱電対(安立計器株式会社SE80117)先端部線径 $50\mu$ mを、記録媒体が最初に定着器に突入する端部より50mm下流の位置に貼付し、2以上の定着器を連続的に通過させ、直接計測し、記録した温度である。

# [0119]

<トナーの軟化点、流出開始温度、1/2法溶融温度の測定方法>

させながら、荷重 $_{\mathbf{T}}$ 0 k g/c m $_{\mathbf{T}}^{2}$ でダイの細孔0.5 mm $_{\mathbf{T}}$  がら押し出すようにし測定した。図4に、フローテスターのトナー測定時に得られる流動曲線を、横軸に温度、縦軸にピストンストロークをとり模式的に示した。図中に、本発明で定義する軟化温度 $_{\mathbf{T}}$  s、流出開始温度 $_{\mathbf{T}}$  f b、流出開始温度と流出終了温度の中点である $_{\mathbf{T}}$  2 法溶融温度 $_{\mathbf{T}}$  1/2 を示した。

# [0120]

<トナー及びワックスのDSCにおける最大吸熱ピークの測定>

トナー及びワックスの最大吸熱ピークは、示差熱分析測定装置(DSC測定装置)、DSC2920 (TAインスツルメンツジャパン社製)を用いて、ASTM D3418-82に準じて測定することができる。

温度曲線:昇温 I (30℃~200℃、昇温速度 10℃/min)

降温 I (200℃~30℃、降温速度10℃/min)

昇温 I I (30℃~200℃、昇温速度10℃/min)

# [0121]

測定方法としては、5~20mg、好ましくは10mgの測定試料を精密に秤量する。これをアルミパン中に入れ、リファレンスとして空のアルミパンを用い、測定温度範囲30乃至200℃の間で、昇温速度10℃/minで常温常湿下で測定を行う。トナーの最大吸熱ピークは、昇温IIの過程で、樹脂Tgの吸熱ピーク以上の領域のベースラインからの高さが一番高いものを、若しくは樹脂Tgの吸熱ピークが別の吸熱ピークと重なり判別し難い場合、その重なるピークの極大ピークから高さが一番高いものを本発明のトナーの最大吸熱ピークとする。

# [0122]

<結着樹脂のGPC測定による分子量分布>

ゲルパーミエーションクロマトグラフィー(GPC)によるクロマトグラムの分子量は次の条件で測定される。

# [0123]

40 Cのヒートチャンバー中でカラムを安定化させ、この温度におけるカラムに溶媒としてテトラヒドロフラン(THF)を毎分1 m 1 の流速で流し、試料濃度として0.05  $\sim 0.6$  質量%に調整した樹脂のTHF試料溶液を約 $50 \sim 200$   $\mu$  1 注入して測定する。試料の分子量測定にあたっては、試料の有する分子量分布を数種の単分散ポリスチレン標準試料により作成された検量線の対数値とカウント数(リテンションタイム)との関係から算出する。検量線作成用の標準ポリスチレン試料としては、例えば東ソー社製或いは Pressure Chemical Co.製の分子量が $6 \times 10^2$ 、 $2.1 \times 10^3$ 、 $4 \times 10^3$ 、 $1.75 \times 10^4$ 、 $5.1 \times 10^4$ 、 $1.1 \times 10^5$ 、 $3.9 \times 10^5$ 、 $8.6 \times 10^5$ 、 $2 \times 10^6$ 、 $4.48 \times 10^6$  のものを用い、少なくとも 10 点程度の標準ポリスチレン試料を用いるのが適当である。検出器には RI(屈折率)検出器を用いる。

#### $[0\ 1\ 2\ 4\ ]$

カラムとしては、 $10^3 \sim 2 \times 10^6$ の分子量領域を的確に測定するために、市販のポリスチレンジェルカラムを複数本組み合わせるのが良く、例えば昭和電工社製の shode x GPC KF-801,802,803,804,805,806,807の組み合わせや、Waters社製の $\mu$ -styragel 500、 $10^3$ 、 $10^4$ 、 $10^5$ の組み合わせを挙げることができる。

# [0125]

<ワックスの分子量分布>

(GPC測定条件)

- ·装置:GPC-150C (ウォーターズ社)
- ・カラム:GMH-HT30cm2連(東ソー社製)
- ・温度:135℃
- ·溶媒: o ジクロロベンゼン (0.1%アイオノール添加)
- ·流速:1.0ml/min.

·試料: 0. 15 の試料を 0. 4 m l 注入

以上の条件で測定し、試料の分子量算出にあたっては、単分散ポリスチレン標準試料により作成した分子量校正曲線を使用した。更に、Mark-Houwink粘度式から導き出される換算式でポリエチレン換算することによって算出した。

# [0126]

<トナーの平均円形度測定>

トナーの平均円形度は、フロー式粒子像測定装置「FPIA-2100型」(シスメックス社製)を用いて測定を行い、下式を用いて算出する。

# [0127]

# 【数1】

円相当径= (粒子投影面積/π)<sup>1/2</sup>×2

円形度= 粒子投影面積と同じ面積の円の周囲長 粒子投影像の周囲長

# [0128]

ここで、「粒子投影面積」とは二値化されたトナー粒子像の面積であり、「粒子投影像の周囲長」とは該トナー粒子像のエッジ点を結んで得られる輪郭線の長さと定義する。測定は、 $512\times512$ の画像処理解像度( $0.3\mu m\times0.3\mu m$ の画素)で画像処理した時の粒子像の周囲長を用いる。

# [0129]

本発明における円形度はトナー粒子の凹凸の度合いを示す指標であり、トナー粒子が完全な球形の場合に1.000を示し、表面形状が複雑になる程、円形度は小さな値となる

# [0130]

また、円形度頻度分布の平均値を意味する平均円形度Cは、粒度分布の分割点iでの円 形度(中心値)をci、測定粒子数をmとすると、次式から算出される。

# [0131]

# 【数2】

平均円形度 $C = \sum_{i=1}^{m} c$  i / m

# [0132]

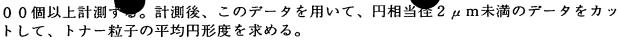
なお、本発明で用いている測定装置である「FPIA-2100」は、各粒子の円形度 を算出後、平均円形度の算出に当たって、得られた円形度によって、粒子を円形度0.4 ~1.0を0.01ごとに等分割したクラスに分け、その分割点の中心値と測定粒子数を 用いて平均円形度の算出を行う。

#### [0133]

具体的な測定方法としては、容器中に予め不純固形物などを除去したイオン交換水10 mlを用意し、その中に分散剤として界面活性剤、好ましくはアルキルベンゼンスルホン酸塩を加えた後、更に測定試料を0.02 g加え、均一に分散させる。分散させる手段としては、超音波分散機「Tetorale150型」(日科機バイオス社製)を用い、2 分間分散処理を行い、測定用の分散液とする。その際、該分散液の温度が40  $\mathbb C$ 以上とならない様に適宜冷却する。また、円形度のバラツキを抑えるため、フロー式粒子像分析装置 PIA-2100 の機内温度が $26\sim27$   $\mathbb C$  になるよう装置の設置環境を23  $\mathbb C$   $\pm 0.5$   $\mathbb C$  にコントロールし、一定時間おきに、好ましくは2 時間おきに2  $\mu$  mラテックス粒子を用いて自動焦点調整を行う。

# [0134]

トナー粒子の円形度測定には、前記フロー式粒子像測定装置を用い、測定時のトナー粒子濃度が3000~1万個/μlとなる様に該分散液濃度を再調整し、トナー粒子を10



# [0135]

さらに本発明で用いている測定装置である「FPIA-2100」は、従来よりトナーの形状を算出するために用いられていた「FPIA-1000」と比較して、処理粒子画像の倍率の向上、さらに取り込んだ画像の処理解像度を向上( $256\times256\rightarrow512\times512$ )によりトナーの形状測定の精度が上がっており、それにより微粒子のより確実な補足を達成している装置である。従って、本発明のように、より正確に形状を測定する必要がある場合には、より正確に形状に関する情報が得られるFPIA2100の方が有用である。

# [0136]

# <トナーの粒度分布の測定>

測定装置としては、コールターマルチサイザー II (コールター社製)を用いる。電解液は、約1%NaCl水溶液を用いる。電解液には、1級塩化ナトリウムを用いて調製された電解液や、例えば、ISOTON (登録商標) -II (コールターサイエンティフィックジャパン社製)が使用できる。

# [0137]

#### [0138]

# <光沢度計による画像光沢度の測定>

光沢度の測定に関しては、VG-10型光沢度計(日本電色製)を用いて、60度方向の反射光量を測定することによって行った。ベタ画像の光沢度を、それぞれ5ヶ所(両端部、中心、端部と中心との中間点)測定し、平均の値をそれぞれの光沢度とした。測定としては、まず定電圧装置により6Vにセットする。次いで投光角度,受光角度をそれぞれ60°に合わせる。0点調整及び標準板を用い、標準設定の後に試料台の上に前記試料画像を置き、さらに下に白色紙3枚を重ねて測定を行い、標示部に示される数値を%単位で読みとる。この時S, S/10切替SWはSに合わせ、角度,感度切替SWはS00 に合わせる。

# [0139]

#### <画像濃度の測定>

本発明において画像濃度の測定法としては、X-Rite社製のスペクトロデンシトメーター504で測定する。測定画像を任意に5回測定して、平均の値を画像濃度とした。

#### [0140]

# <無機微粒子の個数平均一次粒径の測定>

無機微粒子の平均一次粒径は、走査型電子顕微鏡FE-SEM(日立製作所社製 S-4700)により10万倍に拡大したトナー粒子表面の写真を撮影し、その拡大写真を必要に応じて更に拡大して行い、それぞれの粒子について50個以上の粒子について定規、ノギス等を用い、その個数平均粒径一次粒径を測定する。その際、微粒子の組成判別は、指定した特定の元素のみを上記装置のX線マイクロアナライザーにより検出することにより行う。

# [0141]

<無機微粒子のBET比表面積の測定>

BET法に従って、比表面積測定装置オートソープ1 (湯浅アイオニクス社製)を用いて 試料表面に窒素ガスを吸着させ、BET多点法を用いて比表面積を算出する。その際、試 料を5時間真空引きを行う。

# 【実施例】

# [0142]

以下に、具体的製造例及び実施例を挙げて本発明をより具体的に説明するが、本発明は これらの実施例にのみ限定されるものではない。

# [0143]

# 樹脂A製造例(ハイブリッド樹脂)

#### [0144]

樹脂B製造例(スチレンアクリル樹脂製造例)

- ・スチレン
- ·アクリル酸 n ブチル
- ・マレイン酸モノブチル
- ・ジーtーブチルパーオキサイド

70質量部

2 5 質量部

とり貝里叩

5 質量部 1 質量部

上記各成分を、4つ口フラスコ内でキシレン200質量部を撹拌しながら容器内を十分に窒素で置換し120℃に昇温させた後3.0時間かけて滴下した。更にキシレン還流後下で重合を完了し、減圧下で溶媒を蒸留除去し、スチレンーアクリル樹脂を得た。GPC

# [0145]

# 樹脂C製造例(ポリエステル樹脂製造例)

ポリオキシプロピレン (2.2) - 2,  $2 - \forall$   $Z - \forall$  Z

(ゲルパーミエーションクロマトグラフィ) による分子量測定の結果を表1に示す。

# [0146]

<トナー製造例1>

- ・ハイブリッド樹脂
- · C. I. ピグメントブルー15:3
- ・ノルマルパラフィンワックス (最大級熱ピーク:70℃)

100質量部

5 質量部

5 質量部

出証特2005-3052913

・ジーターシャリーチルサリチル酸のアルミニウム化合物(何電制御剤) 3 質量部上記材料をヘンシェルミキサーにより十分予備混合し、二軸押出し混練機で任意のバレル温度にて溶融混練した。冷却後ハンマーミルを用いて約1乃至2 mm程度に粗粉砕し、次いでエアージェット方式による微粉砕機で $20\mu$  m以下の粒径に微粉砕した。さらに得られた微粉砕物を分級と機械式衝撃力を用いる表面改質処理を同時に行う装置にて分級および球形化し、粒度分布における体積平均径が5.  $5\mu$  mの着色粒子としてシアン系樹脂粒子(分級品)を得た。得られたシアン系樹脂粒子(分級品)100質量部に、疎水性シリカ(BET: $200m^2/g$ )1. 0質量部、イソブチルトリメトキシシランで表面処理した酸化チタン微粒子(BET: $80m^2/g$ )を1. 0質量部添加し、ヘンシェルミキサ(FM-75型、三井三池化工機(株)製)で混合して、トナー1を得た。

# [0147]

トナー1のフローテスタ物性を測定したところ、軟化温度Tsが71  $\mathbb{C}$ 、流出開始温度 Tfbが105  $\mathbb{C}$ 、1/2 法溶融温度T1/2 が131  $\mathbb{C}$  であった。フローテスタ物性値を、表 2 にまとめた。

# [0148]

<トナー製造例2>

トナー製造例1において、離型剤として最大級熱ピークが61℃のノルマルパラフィンワックスを使用した以外は、トナー製造例1と同様にしてトナー2を得た。トナー2のフローテスタ物性を表2にまとめた。

# [0149]

<トナー製造例3>

トナー製造例1において、離型剤として最大級熱ピークが137℃のポリプロピレンワックスを使用した以外は、トナー製造例1と同様にしてトナー3を得た。トナー3のフローテスタ物性を表2にまとめた。

# [0150]

< トナー製造例 4 >

トナー製造例1において、離型剤として最大級熱ピークが58℃のノルマルパラフィンワックスを使用した以外は、トナー製造例1と同様にしてトナー4を得た。トナー4のフローテスタ物性を表2にまとめた。

#### [0151]

<トナー製造例5>

トナー製造例1において、離型剤として最大級熱ピークが141℃のポリプロピレンワックスを使用した以外は、トナー製造例1と同様にしてトナー5を得た。トナー5のフローテスタ物性を表2にまとめた。

# [0152]

< トナー製造例 6 >

#### [0153]

<トナー製造例 7 >

トナー製造例1において、C. I. ピグメントブルー15:3をC. I. ピグメントレッド122にした以外は、トナー製造例1と同様にしてトナー7を得た。トナー7のフローテスタ物性を表2にまとめた。

# [0154]

<トナー製造例8>

トナー製造例1において、C. I. ピグメントブルー15:3をカーボンブラックにした以外は、トナー製造例1と同様にしてトナー8を得た。トナー8のフローテスタ物性を表2にまとめた。

# [0155]

<トナー製造例

トナー製造例8において、樹脂Aに替えて樹脂Bを使用し、離型剤としてポリエチレン ワックスを使用した以外は、トナー製造例1と同様にしてトナー9を得た。トナー9のフ ローテスタ物性を表2にまとめた。

# [0156]

<トナー製造例10>

トナー製造例1において、樹脂Aに替えて樹脂Cを使用し、離型剤を添加せず、トナー 製造例1と同様にしてトナー10を得た。トナー10のフローテスタ物性を表2にまとめ た。

#### [0157]

# <トナー製造例11>

高速撹拌装置TK-ホモミキサー(特殊機化工業社製)を備えた2リットル用四つ口フ ラスコ中に、イオン交換水 7 1 0 部と 0 . 1 m o 1 / リットルーN a 3 P O 4 水溶液 4 5 0 部を添加し、高速撹拌装置の回転数を10000 г р m に調整し、60℃に加温せしめた 。ここに1.0mol/リットルーCaCl2水溶液68部を徐々に添加し、微小な難水 溶性分散在Ca3(PO4)2を含む水系分散媒体を調製した。

# [0158]

一方、

・樹脂B

165部 ・スチレン単量体 35部 n - ブチルアクリレート単量体 0.5部 ・ジビニルベンゼン単量体

・C. I. ピグメントブルー15:3

14部 10部

・ジーターシャリブチルサリチル酸のアルミニウム化合物(荷電制御剤)

2 部 20部

・エステルワックス(最大級熱ピーク:68℃)

上記原材料をアトライター(三井金属社製)を用い3時間分散させた後、重合開始剤であ る2,2'-アゾビス(2,4-ジメチルバレロニトリル)10部を添加して得られた重 合性単量体組成物を、上記水系分散媒体中に投入し、高速撹拌装置の回転数を10000 rpmに維持して造粒を行った。その後、パドル撹拌翼で撹拌しつつ70℃で2時間反応 させた後、90℃で10時間重合させた。

# [0159]

反応終了後、懸濁液を冷却し、希塩酸を加えて難水溶性分散剤を溶解し、濾過,水洗, 乾燥させた後、風力分級で所望の粒度に分級し、着色粒子を得た。トナー製造例1と同様 に外添混合して、トナー11を得た。トナー11のフローテスタ物性を表2にまとめた。

# [0160]

< トナー製造例 1 2 >

・樹脂粒子分散液1の調製

3 7 0 g スチレン 3 0 g n-ブチルアクリレート アクリル酸 6 g 2 4 g ドデカンチオール 四臭化炭素

以上を混合、溶解したものを、非イオン性界面活性剤6g及びアニオン性界面活性剤1 Ogをイオン交換水550gに溶解したものに、フラスコ中で分散し、乳化し、10分間 ゆっくりと混合しながら、これに過硫酸アンモニウム 4 g を溶解したイオン交換水 5 0 g を投入し、窒素置換を行った後、前記フラスコ内を攪拌しながら内容物が70℃になるま でオイルバスで加熱し、5時間そのまま乳化重合を継続した。こうして、平均粒径が15 0nm、Tgが62℃、重量平均分子量(Mw)が12,000である樹脂粒子を分散さ せてなる樹脂粒子分散液1を調製した。

# [0161]

280 g



スチレン n – ブチルアクリレート

1 2 0 g 8 g

アクリル酸

# [0162]

# ・離型剤粒子分散液1の調製

ポリプロピレンワックス (融点85℃)

てなる樹脂粒子分散液2を調製した。

50 g

アニオン性界面活性剤

5 g

イオン交換水

200g

以上を 9 5 ℃に加熱して、ホモジナイザー等を用いて分散した後、圧力吐出型ホモジナイザーで分散処理し、平均粒径が 5 7 0 n mである離型剤を分散させてなる離型剤粒子分散液 1 を調製した。

# [0163]

・着色剤粒子分散液1の調製

C. I. ピグメントブルー15:3

2 0 g

アニオン性界面活性剤

2 g

ノーマン性外面に任用 イオン交換水

7 8 g

以上を混合し、超音波洗浄機を用いて発振周波数26kHzで10分間分散を行って着 色剤粒子分散液(アニオン性)1を調製した。

# [0164]

#### ・混合液の調製

樹脂粒子分散液 1

180 g

樹脂粒子分散液 2

80 g

着色剤分散液1

30 g

離型剤分散液 1

50 g

以上を丸型ステンレス製フラスコ中でホモジナイザー等を用いて混合し、分散して混合液を調製した。

# [0165]

#### ・凝集粒子の形成

上記混合液に凝集剤としてのカチオン性界面活性剤を 1.5g添加し、加熱用オイルバス中でフラスコ内を攪拌しながら <math>50 でまで加熱した。 50 で 1 時間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると体積平均粒径が約  $6.1\mu$  mである凝集粒子が形成されていることが確認された。

# [0166]

#### ・融合

その後、ここにアニオン製界面活性剤3gを追加した後、ステンレス製フラスコを密閉し、磁力シールを用いて攪拌を継続しながら105℃まで加熱し、3時間保持した。そして、冷却後、反応生成物をろ過し、イオン交換水で十分に洗浄した後、乾燥トナー製造例1と同様に外添混合して、トナー12を得た。トナー12のフローテスタ物性を表2にまとめた。

# [0167]

#### <実施例1>

まず、シリコーン樹脂で表面被覆した磁性フェライトキャリア粒子(個数平均粒径50



μm) 92質量% 対して、トナー1を8質量%を加え、ターブラーミキサーにより混合して現像剤を用意した。

# [0168]

続いて、図6に示したベルトニップ方式の定着器(図2)とローラーニップ方式の定着器(図1)を、定着器ニップ間を500mm離して配置した外部定着装置Aを用意した。第一定着器のニップが35mm、第2定着器のニップが10mmとなるよう調整し、各定着器を温調した。350mm・sec-1の記録媒体搬送速度で、記録媒体を前記定着装置に通過させたとき、前記記録媒体が第一の定着器を通過する前後の記録媒体上温度の最大値T1が140 $\mathbb C$ 、第二の定着器を通過する前後の記録媒体上温度の最大値T2が152 $\mathbb C$ 、前記記録媒体の第一の定着器突出から第二の定着器突入までの間の記録媒体上温度の最小値 t が121 $\mathbb C$  となった。表3に記録媒体上温度 T 1、T 2、t を示した。

# [0169]

次に、カラー複写機CLC1000(キヤノン製)の定着ユニットを取り外した改造機で、単色モードで常温常湿度環境下(23 $\mathbb{C}/60\%$ )において、記録媒体上のトナー載り量を1.3mg/cm2になるよう現像コントラストを調整し、先端余白5mmでA4紙(CLC推奨紙であるSK80)上に画像面積比率25%の未定着画像を作成した。表3に示した条件に調整した定着装置Aに未定着画像を通過させ、目視によりオフセット性と分離性を評価した。また、得られた定着画像を用いて、光沢度、定着強度を測定した。

# [0170]

評価を実施したところ、オフセットや定着部材への巻きつきもなく、光沢度の高い、こすり試験による濃度低下のない、がさつき感のないなめらかな画像が、連続して得られた。評価結果は、表3に示した。

# [0171]

以下に、評価項目と評価基準を下記に示し、評価結果を表3に示す。

# [0172]

#### ●光沢度

以下の手順で光沢度を測定した。

#### [0173]

A4紙(CLC推奨紙であるSK80)上に形成したトナー載り量が1.3mg/cm<sup>2</sup>の画像面積比率25%の先に出力したベタ画像を用いて光沢度を測定した。ベタ画像の光沢度を、それぞれ5ヶ所(両端部、中心、端部と中心との中間点)測定し、平均の値を光沢度とし、光沢度が26となり、光沢度の高い画像が得られた。 光沢度

A: 20%以上

B: 15%以上 20%未満

C: 10%以上 15%未満

D: 10%未満

#### [0174]

# ●定着強度

光沢度を測定した画像を用いて、以下の手順で定着強度を評価した。4.9 k P a (50 g / c m²) の荷重をかけ、シルボン紙により定着画像を摺擦し、摺擦前後での画像濃度の平均低下率(%)で以下の基準により評価した。濃度低下率が0.1%となり、実使用上全く問題のない定着強度となった。

A:平均濃度低下率1%未満 (優)

B:平均濃度低下率5%未満 問題ないレベル(良)

C:平均濃度低下率10%未満 実用上許容できるレベル (可)

D:平均濃度低下率10%以上 実用上問題のあるレベル (不可)

# [0175]

#### ●耐オフセット性

カラー複写機CLC1000(キヤノン製)の定着ユニットを取り外した改造機で、単



色モードで常温常温度環境下(23℃/60%)において、紙上のトナー載り量を1.3 mg/cm²になるよう現像コントラストを調整し、A4紙(CLC推奨紙であるSK80)上に画像面積比率25%の未定着画像を作成した。表3に示した条件に調整した定着装置Aを通過させた際のオフセットの程度を目視により確認し以下のように評価した。オフセットの発生は認められなかった。

A:全くオフセットが発生しない。(優)

B:ごく軽微に発生するが実用上問題無いレベル。(良)

C:目立って発生し、実用として最低レベル。(可)

D: 著しく発生し、実用不可なレベル。(不可)

[0176]

# ●分離性

カラー複写機CLC1000 (キヤノン製)の定着ユニットを取り外した改造機で、単色モードで常温常湿度環境下 (23℃/60%) において、紙上のトナー載り量を1.3 mg/c m²になるよう現像コントラストを調整し、先端余白5 mmでA4紙 (CLC推奨紙であるSK80)上に画像面積比率25%の未定着画像を作成した。表3に示した条件に調整した定着装置Aを通過させ、分離性(巻きつき性)を評価した。分離性に問題はなかった。

A:全く問題無く分離できる。

B:分離できるが、やや巻付きそうな気配がある。

C:巻付きが発生する。

[0177]

# ●カール及び搬送不良

カラー複写機CLC1000 (キヤノン製)の定着ユニットを取り外した改造機で、単色モードで常温常湿度環境下(23 $^{\circ}$ C/60%)において、紙上のトナー載り量を1.3 mg/c m²になるよう現像コントラストを調整し、先端余白5 mmでA4紙(CLC推奨紙であるSK80)上に画像面積比率25%の未定着画像を10部作成した。表3に示した条件に調整した定着装置Aを順番に通過させ、搬送不良が起こる回数をカウントした。搬送不良は発生せず、カールも認められなかった。

A:全く問題無く定着装置を通過した。

B:第一定着通過後、軽微なカールが認められるが、第2定着を問題なく通過した。

C:第一定着通過後、カールが発生するため、第2定着に記録媒体が突入しないものが5%以上であった。

[0178]

#### ●光沢度均一性

以下の手順で光沢度均一性を評価した。

# [0179]

さらに、カラー複写機CLC1000(キヤノン製)の定着ユニットを取り外した改造機で、単色モードで常温常湿度環境下(23%60%)において、コート紙(CANON、GLOSSY BrochurePaper:坪量148g/m²、記録媒体上光沢度:50)上に、単位面積当たりのトナー載り量を0.05~0.6mg/cm²の間でほぼ等間隔で17階調に設定し、各載り量でのベタ画像( $1cm\times29cm$ )をA4の横方向に並べた画像を出力した。表3に示した条件に調整した定着装置Aに未定着画像を通過させ、各階調の光沢度を測定し、画像光沢度均一性を評価した。

# [0180]

上記画像光沢度の測定と同様に、VG-10型光沢度計(日本電色製)を用いて、60度方向の反射光量を測定した。各載り量毎の帯部画像の光沢度を測定し、光沢度が最大となった帯の光沢度をGmax、同様に光沢度が最小となった帯の光沢度をGminとしたとき、光沢度均一性をGmaxとGminの差ΔGで評価した。光沢度均一性の評価基準を以下示した。

光沢度均一性

A:10未満(優)

B:10以上~20未満(良) C:20以上~30未満(可)

D:30以上~(不可)

各階調部分の光沢度を同様に評価し、光沢度が最大になった階調部分の光沢度Gmaxが51、最小となった階調部分の光沢度Gminが48、光沢度の最大となった部分の光沢度と最小となった部分の光沢度差ΔGが3となり、載り量によらず、光沢度が極めて均一な画像が得られた。また、記録媒体の光沢度PGが50であるのに対して、Gmax及びGminともPGと近い値となっていることから、記録媒体光沢度と画像光沢度の差の極めて少ない、光沢度の揃った、違和感のない画像となった。

# [0181]

# <実施例2>

定着装置として、図6に示す定着装置Cを使用し、記録媒体上温度が表3に示す温度になるよう定着装置の温度を調整し実施例1と同様に評価を行なった。外部定着装置Cは、ベルトニップ方式の定着器(図2)と2台のローラーニップ方式の定着器(図1)を定着器ニップ間を500mm離して配置し、第一定着器のニップが35mm、第2定着器のニップが10mm、第3定着器のニップが10mmとなるよう調整したものである。各定着器を温調して、500mm・sec -1 の記録媒体搬送速度で未定着画像を前記定着装置に通過させたとき、前記記録媒体が第一の定着器を通過する前後の記録媒体上温度の最大値T2が155℃、第三の定着器を通過する前後の記録媒体上温度の最大値T2が155℃、第三の定着器を通過する前後の記録媒体上温度の最大値T3が150℃、前記記録媒体の第一の定着器突出から第二の定着器突入までの間の記録媒体上温度の最小値tが120℃となった。表3に記録媒体上温度T1、T2、T3、tを示した。

# [0182]

オフセットや定着部材への巻きつきもなく、光沢度の高い、こすり試験による濃度低下のない画像が連続して得られた。また、載り量によらず光沢度の差が少なく、画像光沢均一性の高い画像となった。また、記録媒体光沢度と画像光沢度の差の極めて少ない、光沢度の揃った画像となった。評価結果は、表3に示した。

#### [0183]

#### <実施例3>

記録媒体上温度が表3の実施例3に示す温度になるよう定着装置Aの温度条件を調整した以外は、実施例1と同様に評価を行なった。光沢度、光沢度均一性と定着強度で実施例1より極僅かに劣ったものとなったが、実用上問題ない画像が得られた。評価結果を表3に示す。

# [0184]

#### く実施例4>

定着装置Aのベルトニップ方式の定着器(図2)とローラーニップ方式の定着器(図1)を、定着器ニップ間を1000mm離して配置し、記録媒体上温度が表3の実施例4に示す温度になるよう定着装置Aの温度条件を調整した以外は、実施例1と同様に評価を行なった。定着強度や光沢度均一性で、実施例1より極僅かに劣ったものとなったが、実用上問題ない画像が得られた。また、極軽微なカールが認められたものの、記録媒体の搬送性には障害は認められなかった。評価結果を表3に示す。

# [0185]

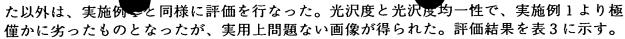
# <実施例5>

記録媒体上温度が表3の実施例5に示す温度になるよう定着装置Aの温度条件を調整した以外は、実施例1と同様に評価を行なった。光沢度と光沢度均一性で、実施例1より極僅かに劣ったものとなったが、実用上問題ない画像が得られた。評価結果を表3に示す。

# [0186]

# <実施例6>

記録媒体上温度が表3の実施例6に示す温度になるよう定着装置Aの温度条件を調整し



# [0187]

<実施例7>

トナーとして、トナー2を使用し、記録媒体上温度が表3の実施例7に示す温度になるよう定着装置Aの温度条件を調整した以外は、実施例1と同様に評価を行なった。軽微なオフセットが認められたが、実用上問題のレベルであった。得られた画像の光沢度やその他評価項目において問題はなかった。評価結果を表3に示す。

# [0188]

<実施例8>

トナーとして、トナー3を使用し、記録媒体上温度が表3の実施例8に示す温度になるよう定着装置Aの温度条件を調整した以外は、実施例1と同様に評価を行なった。光沢度が実施例1と比較して、極僅かに低く、極軽微なオフセットが認められたが、実用上問題のない程度であり、画像も実用上問題のないものであった。評価結果を表3に示す。

# [0189]

<実施例9>

トナーとして、トナー4を使用し、記録媒体上温度が表3の実施例9に示す温度になるよう定着装置Aの温度条件を調整した以外は、実施例1と同様に評価を行なった。オフセットと分離性で実施例1より僅かに程度が悪いが、実用上問題のないレベルであり、画像の光沢度、光沢度均一性とも問題はなかった。評価結果を表3に示す。

# [0190]

<実施例10>

トナーとして、トナー5を使用し、記録媒体上温度が表3の実施例10に示す温度になるよう定着装置Aの温度条件を調整した以外は、実施例1と同様に評価を行なった。オフセットと分離性で実施例1より僅かに程度が悪いが、実用上問題のないレベルであり、画像の光沢度は若干低めであったが、光沢度均一性とも問題はなかった。評価結果を表3に示す。

#### [0191]

<実施例11>

記録媒体上温度が表3の実施例11に示す温度になるよう定着装置Aの温度条件を調整した以外は、実施例1と同様に評価を行なった。光沢度、光沢度均一性と定着強度とも実施例1より劣ったものとなったが、実用上問題ない画像が得られた。軽微なカールが発生し搬送性は実施例1に対して僅かに劣ったものとなった。評価結果を表3に示す。

# [0192]

<実施例12>

記録媒体上温度が表3の実施例12に示す温度になるよう定着装置Aの温度条件を調整した以外は、実施例1と同様に評価を行なった。実施例1と比較すると、光沢度と光沢度均一性で若干悪目だが、実用上問題ない画像が得られた。評価結果を表3に示した。

# [0193]

< 実施例 1 3 >

記録媒体上温度が表3の実施例13に示す温度になるよう定着装置Aの温度条件を調整した以外は、実施例1と同様に評価を行なった。実施例1と比較すると、分離性で若干劣ったが、実用上問題ない程度であった。画像の光沢度等は、問題のないものであった。評価結果を表3に示した。

# [0194]

<実施例14>

記録媒体上温度が表3の実施例14に示す温度になるよう定着装置Aの温度条件を調整した以外は、実施例1と同様に評価を行なった。実施例1と比較すると、分離性で若干劣ったが、実用上問題ない程度であった。画像の光沢度等は、問題のないものであった。評価結果を表3に示した。



# <実施例15>

記録媒体上温度が表3の実施例15に示す温度になるよう定着装置Aの温度条件を調整した以外は、実施例1と同様に評価を行なった。実施例1と比較すると、オフセットと分離性で若干劣ったものとなったが、実用上問題ない程度であった。画像の光沢度等は、問題のないものであった。評価結果を表3に示した。

# [0196]

# <実施例16>

トナーとして、トナー6を使用し、記録媒体上温度が表3の実施例16に示す温度になるよう定着装置Aの温度条件を調整した以外は、実施例1と同様に評価を行なった。実施例1と比較すると、オフセットと分離性で若干劣ったものとなったが、実用上問題ない程度であった。画像の光沢度均一性がΔG15となり、実施例1と比較すると均一性が悪目となった。評価結果を表3に示した。

# [0197]

# <実施例17>

トナーとして、トナー 7 を使用し、記録媒体上温度が表 3 の実施例 1 7 に示す温度になるよう定着装置 A の温度条件を調整した以外は、実施例 1 と同様に評価を行なった。実施例 1 と比較すると、 Δ G が 1 1 となり、画像の光沢度均一性で若干劣るが、実用上問題のないレベルとなった。評価結果を表 3 に示した。

# [0198]

# <実施例18>

トナーとして、トナー8を使用し、記録媒体上温度が表3の実施例18に示す温度になるよう定着装置Aの温度条件を調整した以外は、実施例1と同様に評価を行なった。実施例1と比較すると、光沢度均一性で若干劣るが、実用上問題のないレベルとなった。評価結果を表3に示した。

#### [0199]

# <実施例19>

トナーとして、トナー5を使用し、外部定着装置として2台のローラーニップ方式の定着器(図1)を、各定着器の定着ニップが10mmとなるよう調整し、また、定着器ニップ間の距離が500mmとなるよう配置した、図6に示す定着装置Bを使用し、記録媒体上温度が表3に示す温度になるよう定着装置の温度を調整した以外は、実施例1と同様に評価を行なった。実施例1と比較すると、画像の光沢度均一性で若干劣り、オフセット、分離性及びカールの程度が若干悪目であった。評価結果を表3に示した。

#### [0200]

# <実施例20>

トナーとして、トナー9を使用し、実施例19と同じ定着装置Bを用意し、記録媒体上温度が表3の実施例20に示す温度になるよう定着装置Bの温度条件を調整した以外は、実施例1と同様に評価を行なった。実施例1と比較すると、光沢度均一性で若干劣るが、オフセットが、実用上許容できるギリギリのレベルとなった。

#### [0201]

#### <実施例21>

トナーとして、トナー10を使用し、実施例19と同じ定着装置Bを用意し、実施例2 1において、記録媒体上温度が表3の実施例21に示す温度になるよう定着装置Bの温度 条件を調整した。定着装置Bには各定着器にシリコーンオイル塗布機構を設けた。それ以 外は、実施例1と同様に評価を行なった。実施例1と比較すると、光沢度は高いが、光沢 度均一性で若干劣り、記録媒体光沢度に対して、Gmaxが高く、違和感のある画像とな った。また、オフセット、分離性、搬送性でも課題があったものの、実用上なんとか許容 できる範囲であった。

#### [0202]

# <実施例22>

トナーとして、 ナー11を使用し、実施例19と同じ定有装置Bを用意し、記録媒体上温度が表3の実施例22に示す温度になるよう定着装置Bの温度条件を調整した以外は、実施例1と同様に評価を行なった。光沢度、光沢度均一性は許容できるギリギリのレベルであった。定着強度や、オフセット、分離性、搬送性でも課題があったものの、実用上許容できるギリギリの範囲であった。

# [0203]

#### く実施例23>

トナーとして、トナー12を使用し、実施例19と同じ定着装置Bを用意し、記録媒体上温度が表3の実施例23に示す温度になるよう定着装置Bの温度条件を調整した以外は、実施例1と同様に評価を行なった。光沢度、光沢度均一性は許容できるギリギリのレベルであった。定着強度や、オフセット、分離性、搬送性でも課題があったものの、実用上許容できるギリギリの範囲であった。

#### [0204]

# <比較例1>

トナーとして、トナー12を使用し、外部定着装置として1台のローラーニップ方式の定着器(図1)を配置した、図6に示す定着装置Dを使用し、記録媒体上温度が表3に示す温度になるよう定着装置の温度を調整した以外は、実施例1と同様に評価を行なった。光沢度が不足し、トナー載り量によって光沢度の差が大きく、光沢度均一性が劣ったものとなった。また、記録媒体光沢度との差も大きく、違和感の大きい画像となった。その他、定着強度、オフセットや分離性なども劣ったものであり、実用上使用に耐えないレベルとなった。評価結果を表3に示す。

# [0205]

# <比較例2>

トナーとして、トナー12を使用し、実施例19と同じ定着装置Bを用意し、記録媒体上温度が表3の比較例2に示す温度になるよう定着装置Bの温度条件を調整した以外は、実施例1と同様に評価を行なった。光沢度が不足し、トナー載り量によって光沢度の差が大きく、光沢度均一性が劣ったものとなった。また、記録媒体光沢度との差も大きく、違和感の大きい画像となった。その他、定着強度、オフセットや分離性なども劣ったものであり、実用上使用に耐えないレベルとなった。評価結果を表3に示す。

#### [0206]

# <比較例3>

トナーとして、トナー12を使用し、実施例19の定着装置Bの2台のローラーニップ方式定着器(図1)を、定着器ニップ間を1000mm離して配置し、記録媒体上温度が表3の比較例3に示す温度になるよう調整した以外は、実施例1と同様に評価を行なった。光沢度が不足し、トナー載り量によって光沢度の差が大きく、光沢度均一性が劣ったものとなった。また、記録媒体光沢度との差も大きく、違和感の大きい画像となった。その他、定着強度、オフセットや分離性なども劣ったものであり、実用上使用に耐えないレベルとなった。評価結果を表3に示す。

# [0207]

#### <比較例4>

トナーとして、トナー11を使用し、実施例19と同じ定着装置Bを用意し、記録媒体上温度が表3の比較例4に示す温度になるよう定着装置Bの温度条件を調整した以外は、実施例1と同様に評価を行なった。光沢度が不足し、トナー載り量によって光沢度の差が大きく、光沢度均一性が劣ったものとなった。また、記録媒体光沢度との差も大きく、違和感の大きい画像となった。その他、定着強度、オフセットや分離性なども劣ったものであり、実用上使用に耐えないレベルとなった。評価結果を表3に示す。

#### [0208]

# <比較例5>

トナーとして、トナー10を使用し、実施例19と同じ定着装置Bを用意し、各定着器 にシリコーンオイル塗布機構を着けた定着装置Bを用い、記録媒体上温度が表3の比較例 5に示す温度になっよう温度条件を調整した。また、定着装置Bには各定着器にシリコーンオイル塗布機構を設けた。実施例1と同様に評価を行なった。光沢度は高いが、トナー載り量によって光沢度の差が大きく、光沢度均一性が劣ったものとなった。また、記録媒体光沢度との差が大きく、違和感の大きい画像となった。その他、定着強度、オフセットや分離性なども劣ったものであり、実用上使用に耐えないレベルとなった。評価結果を表3に示す。

[0209]

# 【表1】

		Mw	Mn	Mw/Mn	Мр
樹脂A	ハイフ゛リット゛	66000	4400	15	8500
樹脂B	スチレンアクリル	320000	3400	94	7800/4900
樹脂C	<b>ポリ</b> エステル	9800	3300	3	8400

[0210]

【表2】

	# # # # + + 4	(本本) (本本)	粉		最大吸熱に一ク	軟化温度	流出開始溫度	1/2法 容融温度
	71 X	/哈/鲁/斯/B	4 C.A.	16 主角	၁,/	Ts	Tfb	11/2
ŀ <i>†−</i> 1	彩砕垛	樹脂A	C. I. ピダメントブルー15:3	パラフィン	70	7.1	105	131
14-2	采せ條	樹脂A	C. I. t. 7' 12/17' 14-15:3	n* ラフィン	19	70	106	132
1,4-3	粉砕法	樹脂A	C. I. ピグメントプルー15:3	ボリア・ロヒ・レン	137	73	105	132
17-4	粉砕法	樹脂A	C. I. ピグメントプルー15:3	N° ラフ4ン	58	71	108	136
17-5	彩砕垛	樹脂A	C. I. ピダメントプルー15:3	本リフ・ロセ・レン	141	73	109	137
17-6	粉砕法	樹脂A	C. I. ピグメントイエロー74	パラフィン	70	70	105	130
1-41	粉砕法	樹脂A	C. I. t° 9° 12449 k° 122	パ・ラフィン	70	71	105	130
17-8	粉砕法	樹脂A	カーホ・ンフ・ラック	ハ・ラフィン	70	70	901	131
1-6-4	粉砕法	樹脂B	カーホ・ンフ・ラック	ホ* リエチレン	101	92	116	153
ŀ <i>†−</i> 10	粉砕法	樹脂C	C. I. ピグメントプルー15:3	1	1	75	122	135
ŀ∱-11	懸濁重合法		C. I. ピク゚メントプルー15:3	エステル	89	73	144	180
14-12	乳化凝集法		C. I. ヒ <i>゚ グ メ</i> ントプ ルー15:3	ホリエチレン	86	89	106	134

[0211]

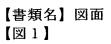
【表3】

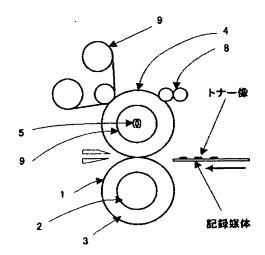
	搬不た送良い	₹	<b>₹</b> 3	~	В	4	4	~	~:	~	ď	В	~	~:	-c	<b>-</b> C	Ą	٧	4	В	83	8	<u>6</u>	В	Ф	≪:	٥	٩	ပ
	分離性	~:	Y	٠	٧	٧		₹	-0	æ	В	Ÿ	-«	8	-8	<b>a</b>	8	¥	¥	8	8	മ	ပ	၁		ပ	ပ	ပ	ပ
	17 17	¥	¥	Y	¥	¥	¥	8	ω	8	В	¥	~	~	~	ω	В	¥	Ä	В	ပ	ပ	ပ	С	0	ပ	ပ	ပ	Ω
	濃度低下率	0.1	0.1	2.2	1.8	2.0	0.2	0.2	0.2	0.3	0.2	3.5	0.2	0.2	0.2	0.3	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	8.0	4.0	8.0	15.0	9.0	9.0	12.0	18.0
	定着强度	γ	Å	8	В	¥	Ä	¥	4	~	¥	8	-<	≪:	~	~	¥	¥	¥	¥	4	ح	<u>α</u>	ပ	۵	ပ	O	۵	۵
	ΔG	3	5	6	5	L	8	9	4	ഹ	5	11	9	8	6	=	15	11	6	15	16	19	22	22	31	34	32	35	88
	Стах	19	53	54	49	29	28	99	25	25	54	54	54	23	23	23	55	29	32	28	25	20	45	45	42	84	48	44	28
	Gmin	48	48	45	44	45	48	51	48	49	49	43	48	45	46	44	육	48	45	44	38	2	22	20	п	77	14	12	8
	記録 棋体 光沢度	09	20	20	20	20	20	20	26	20	20	20	20	26	22	22	20	20	20	20	90	S	23	20	20	22	20	22	20
	光 位 一	Ÿ	~	٧	٧	¥	¥	¥	4	~	٧	æ	٧	~		۵	В	8	٧	В	В	80	ပ	၁	Q	۵	۵	۵	Ω
	G1.3	97	52	07	52	22	22	97	20	52	07	18	22	24	23	24	24	22	20	20	18	24	13	==	8	<b>∞</b>	9	9	22
	光沢度	~	ų	¥	¥	V	¥	4	~	-	₹	В	~	<b></b> c:	<b>-</b> <	~	٧	~	¥	Ÿ	<u>~</u>	~	ပ	ပ	۵	۵	ပ	_	~
	離型剤 最大吸熱 ピーク/C	70	Ţ	1	ļ	4	1	19	137	89	141	01	Ţ	Į	ļ	ļ	1	Ţ	ļ	141	101	1	89	86					
価結果	屯(3)	T2>T1/2	1	ţ	ĵ	1	T2 <t1 2<="" td=""><td>T2&gt;T1/2</td><td>Ţ</td><td>Ţ</td><td>1</td><td>Ţ</td><td>Ţ</td><td>Ţ</td><td>ţ</td><td>ļ</td><td>Î</td><td>Ţ</td><td>ļ</td><td>Ţ</td><td>Ţ</td><td>↓</td><td>T2<t1 2<="" td=""><td>T2&gt;T1/2</td><td>1</td><td>T2<t1 2<="" td=""><td>T2&gt;T1/2</td><td>T2<t1 2<="" td=""><td>T2&gt;T1/2</td></t1></td></t1></td></t1></td></t1>	T2>T1/2	Ţ	Ţ	1	Ţ	Ţ	Ţ	ţ	ļ	Î	Ţ	ļ	Ţ	Ţ	↓	T2 <t1 2<="" td=""><td>T2&gt;T1/2</td><td>1</td><td>T2<t1 2<="" td=""><td>T2&gt;T1/2</td><td>T2<t1 2<="" td=""><td>T2&gt;T1/2</td></t1></td></t1></td></t1>	T2>T1/2	1	T2 <t1 2<="" td=""><td>T2&gt;T1/2</td><td>T2<t1 2<="" td=""><td>T2&gt;T1/2</td></t1></td></t1>	T2>T1/2	T2 <t1 2<="" td=""><td>T2&gt;T1/2</td></t1>	T2>T1/2
定着条件及び評価結果	式(2)	T2>t>Ts	1	Ţ	Ţ	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	Ţ	1	Ţ	Ţ	Ţ	Ţ	Ţ	1	_	T2 <t,t>Ts</t,t>	T2 <t, t<ts<="" td=""><td>_</td><td>T2&gt;t&gt;Ts</td></t,>	_	T2>t>Ts
	式(1)	TI>Tfb	4	4	ļ	<b>+</b>	1	ţ	Ţ	Ţ	<b>+</b>	Ţ	Ţ	Ţ	<b>+</b>	<b>+</b>	<b>-</b>	1	1	<b>+</b>	<b></b>	<b>+</b>	<b>+</b>	←	<b>+</b>	TI>Tfb '	-	T1 <tfb< td=""><td>+</td></tfb<>	+
定着装置構成、	ε <sub>2</sub>	-	150	-	1	1	1	-	ı	1	1	1	1	1	-	1	,	1	ı	1	1	-	ı	-	1	-	-	1	t
定着	27 75	152	155	152	134	141	130	155	155	155	155	152	155	155	188	195	188	148	144	165	165	165	165	165	ï	132	139	141	160
	- Ç	121	120	104	75	136	120	120	120	120	120	102	140	142	130	137	125	137	137	130	130	130	130	130	1	137	65	70	70
	±2	140	145	111	140	140	140	140	140	140	140	108	158	162	140	140	140	140	140	145	145	145	145	145	185	145	145	140	85
	サイル 生物 神楽	1	ı	1	1 .	-	_	1	ı	1	_	_	_	-	_	-	ı	_	1	_	. 1	あり	_	ł	_	-	-	_	фŊ
	定着器 間距離 /m	200	-	-	1000	200	1	Ţ	+	+	<b>+</b>	1	+	Ţ	<b>+</b>	<b>-</b>	↓	<b>+</b>	t.	1	1	<b>.</b>	←	<b>-</b>	ļ		1000	<b>+</b>	←
	記録媒体 椴送速度 /mm·sec-'	350	200	350	320	350	350	350	350	350	350	350	350	350	350	350	350	350	350	350	350	350	320	320	320	350	350	350	350
	斑 酸 酯	¥	ວ	Y	¥	¥	¥	Ÿ	Y	Y	¥	Ÿ	Y	¥	¥	¥	Y	Ÿ	4	8	В	В	В	æ	Q	മ	ω	В	B
	11/2 /C	131	131	131	131	131	131	132	132	136	137	131	131	131	131	131	130	130	130	137	153	116	180	134	134	134	134	180	116
	a75 5	105	105	105	105	105	105	106	105	108	109	105	105	105	105	105	105	105	105	109	116	88	144	108	106	106	106	144	88
	7s 5	71	71	71	7.1	71	7.1	10	73	71	73	71	71	71	71	71	70	70	71	73	91	89	73	89	89	89	89	73	89
	<b>≻</b> }√	14-1	14-1	14~1	14-1	14~1	17-1	2-61	17-3	14-4	9-41	1-4	1-41	1-41	1-41	1-4	9-61	6-64	8-41	9-41	6-61	01-41	11-41	14~13	17-12	14-12	14-12	14-11	14~10
		実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5	実施例6	実施例7	実施例8	実施例9	実施例10	実施例11	実施例12	実施例13	実施例14	実施例15	実施例16	実施例17	実施例18	実施例19	実施例20	実施例21	実施例22	実施例23	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4	比較例5

【図面の簡単な説明】 【0212】

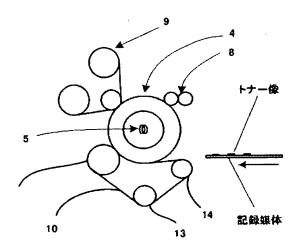
- 【図1】本発表のローラーニップ方式と称する定着器の一例を示す模式図である。
- 【図2】本発明のベルトニップ方式と称する定着器の一例を示す模式図である。
- 【図3】本発明の2つ以上の定着器を記録媒体搬送方向に直列に配置した定着装置の一例を示す模式図である。
- 【図4】本発明の定着装置に、記録媒体を通過させたときの記録媒体上の温度推移を示す模式図である。
- 【図 5 】本発明のフローテスタ昇温法における流動曲線と本発明で定義する軟化温度、流出開始温度、1/2法溶融温度を示す模式図である。
- 【図6】実施例で使用する定着装置の模式図である。
- 【図7】本発明に用いられる表面改質装置の一例を示す模式図である。
- 【図8】本発明に用いられる表面改質装置の分散ローターの一例を示す模式図である

\_

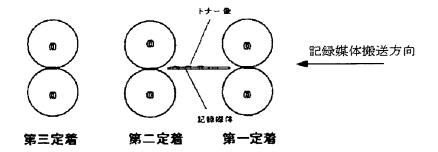




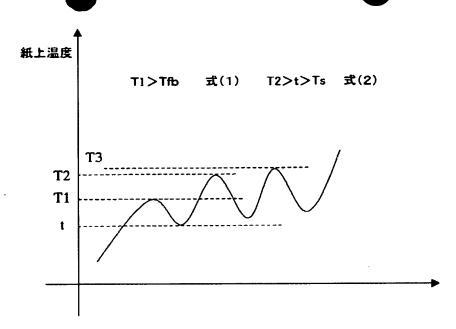
【図2】



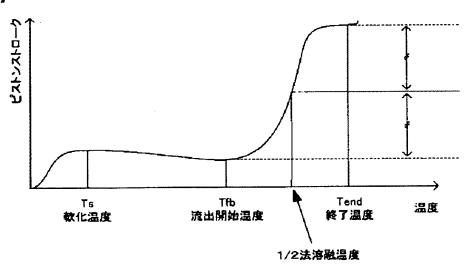
【図3】



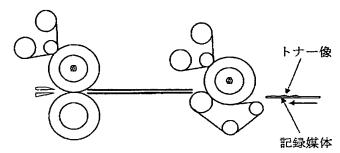




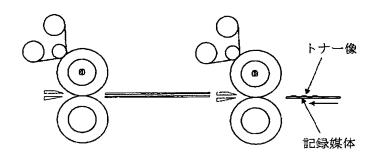
# 【図5】



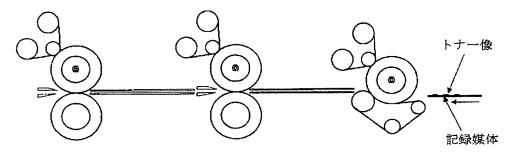




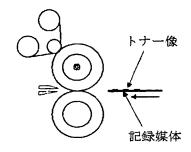
# 定着装置 B

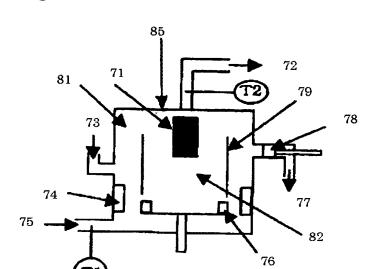


# 定着装置 C

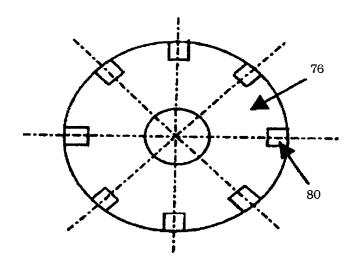


定着装置 D





【図8】



【書類名】要約書

【要約】

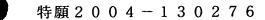
【課題】 記録媒体搬送速度の比較的速い条件下に、光沢度が高く、記録媒体上へのトナー載り量に依存せず光沢度が均一で、画像と記録媒体の光沢度の違和感が抑制された画像を、安定的に、また連続的に得ることのできる定着方法及び定着装置を提供することにある。

【解決手段】 記録媒体上に形成された未定着トナー像を、定着手段により加熱加圧定着する定着方法及び定着装置において、前記記録媒体上に形成されたトナー像を定着するために、前記記録媒体の搬送方向に直列に配列した少なくとも2台以上の定着器を通過することによって未定着トナー像の定着が行われるものであり、

前記記録媒体が第一の定着器を通過する前後の記録媒体上温度の最大値をT1、第二の定着器を通過する前後の記録媒体上温度の最大値をT2、前記記録媒体の第一の定着器突出から第二の定着器突入までの間の記録媒体上温度の最小値をtとし、前記トナーのフローテスタ軟化温度をTs、流出開始温度をTfbとすると、前記T1、T2、tの関係が式(1)かつ式(2)を満足することを特徴とする。

T 1 > T f b 式(1) T 2 > t > T s 式(2)

【選択図】 図4



# 出願人履歴情報

識別番号

[000001007]

1. 変更年月日 [変更理由]

1990年 8月30日

変更理田」 住 所 新規登録 東京都大田区下丸子3丁目30番2号

氏 名 キヤノン株式会社

# This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

# BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:
BYACK BORDERS
IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
☐ FADED TEXT OR DRAWING
☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
OTHER:

# IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.